ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

ГОСТ 22519.2—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.П. Сычев, М.Г. Саюн, В.И. Лысенко, И.А. Романенко, В.А. Колесникова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.05.77 № 1171

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4 от 21.10.93)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 849—70	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3652—69	2
ГОСТ 4109—79	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5828—77	2
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 18337—80	Вводная часть
ГОСТ 20478—75	2
ГОСТ 22519.0—77	1.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1983 г., марте 1987 г., июне 1996 г. (ИУС 5—83, 6—87, 9—96)

Редактор *М.И.Максимова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *В.Е.Нестерова*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.02.98. Подписано в печать 20.03.98. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,43.
Тираж 119 экз. С/Д 4413. Зак. 118.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

УДК 669.873:546.74.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

Метод определения никеля

THALLIUM. Method for the determination of nickel

ГОСТ 22519.2—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения никеля (при массовой доле никеля от 0,00002 до 0,0005 %) в таллии марки Тл0 по ГОСТ 18337.

Фотоколориметрическое определение никеля основано на цветной реакции ионов никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя. Основная масса таллия предварительно отделяется экстракцией эфиром из раствора соляной кислоты 6 моль/дм^3.

Чувствительность метода 1 мкг в объеме 25 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 22519.0.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 20 г/дм^3.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 30 г/дм^3.

Бром по ГОСТ 4109.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм^3.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм^3.

Никель по ГОСТ 849, марки Н0.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г, металлического никеля растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг никеля.

Раствор Б; готовят следующим образом: 2 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 2 мкг никеля.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Эфир диэтиловый (медицинский).

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску таллия массой 1,000 г (при массовой доле таллия 99,98—99,99 %) или 5,000 г (при массовой доле таллия 99,999—99,9995 %) помещают в колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют соответственно в 4 и 8 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 10—20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 0,5—2 см^3 брома и слабо нагревают до полного растворения осадка хлорида таллия.

Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100—150 см^3, стенки колбы обмывают 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 30 см^3 этилового эфира и встряхивают воронку в течение 1 мин. После разделения фаз солянокислый раствор переводят в другую делительную воронку, прибавляют 1—3 капли брома, 30 см^3 эфира и экстракцию таллия повторяют, как указано выше. Солянокислый раствор сливают в стакан вместимостью 50 см^3, прибавляют 0,5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до паров серного ангидрида, добавляют несколько капель пероксида водорода (окисление органических веществ), охлаждают, обмывают стенки стакана 1—2 см^3 воды и снова выпаривают до паров серной кислоты.

После охлаждения к остатку приливают 1 см^3 раствора лимонной кислоты, нейтрализуют раствором гидроксида натрия до pH 7 (по универсальной индикаторной бумаге) и приливают 1 см^3 в избыток, затем приливают 2,5 см^3 раствора надсернокислого аммония, 2,5 см^3 спиртового раствора диметилглиоксима и перемешивают. Окрашенный раствор диметилглиоксимата никеля количественно переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания около 450 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Раствором сравнения служит вода.

Количество никеля в колориметрируемом растворе устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью по 25 см^3 отмеривают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора Б (что соответствует 0; 1; 2; 4; 6; 8 и 10 мкг никеля), разбавляют до объема 10 см^3 водой, приливают 1 см^3 раствора лимонной кислоты, нейтрализуют раствором гидроксида натрия до pH 7 (по универсальной индикаторной бумаге) и приливают 1 см^3 в избыток. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям никеля строят градуировочный график.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m_1 — масса никеля,

m — масса навески таллия, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля никеля, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,00002 до 0,00005 включ.	0,00001	0,00001
Св. 0,00005 » 0,00010 »	0,00003	0,00005
» 0,00010 » 0,00020 »	0,00005	0,00007
» 0,00020 » 0,00050 »	0,00008	0,00012

(Измененная редакция, Изм. № 3).

gost.e-ecolog.ru