

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

ГОСТ 22519.1—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 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 61—75	2
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 9849—86	2
ГОСТ 18337—80	Вводная часть
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 *М.С.Кабашова*
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. 0,35.
Тираж 120 экз. С 320. Зак. 213

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 669.873:546.72.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

Метод определения железа

ГОСТ 22519.1—77

THALLIUM. Method for the determination of iron

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения железа (при массовой доле железа от 0,0001 до 0,001 %) в таллии марок Тл0 и Тл1 по ГОСТ 18337.

Метод основан на свойстве ионов двухвалентного железа образовывать с *о*-фенантролином комплексное соединение, окраска которого фотометрируется. Таллий определению не мешает.

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 и 1:3.

Кислота аскорбиновая, раствор 10 $г/дм^3$.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор 2 $моль/дм^3$, готовят следующим образом: 35 $см^3$ ледяной уксусной кислоты разбавляют до объема 1 $дм^3$ водой и перемешивают.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 2 $моль/дм^3$, готовят следующим образом: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в объеме 1 $дм^3$ водой и перемешивают.

Ацетатный буферный раствор с pH 3,7; готовят следующим образом: 27 $см^3$ раствора уксусной кислоты 2 $моль/дм^3$ и 3 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия 2 $моль/дм^3$ разбавляют водой до объема 100 $см^3$ и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:3.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849.

Стандартные растворы железа.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г порошка железа растворяют в 5 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 25 $см^3$ воды и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, приливают 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б; готовят следующим образом: 4 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 4 мкг железа.

о-фенантролин гидрохлорид одноводный, раствор 2 $г/дм^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 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 растворяют в 4 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3, и осторожно выпаривают до получения влажного остатка, избегая подсушивания, до потемнения. Приливают 10 см^3 воды, кипятят и охлаждают. Прибавляют 1 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, нейтрализуют раствор аммиаком до изменения окраски бумажки конго из синей в фиолетовую, прибавляют 2,5 см^3 раствора *о*-фенантролина, 2 см^3 ацетатного буферного раствора, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают. Спустя 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания около 508 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Раствором сравнения служит вода.

Количество железа в колориметрируемом растворе устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 25 см^3 отмеривают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см^3 стандартного раствора Б железа, что соответствует 0; 2; 4; 8; 12 и 16 мкг железа, добавляют около 15 см^3 воды, 1 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и анализ ведут, как указано в п. 3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески таллия, г.

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 железа, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00005	0,00007
Св. 0,00020 » 0,00050 »	0,00007	0,00010
» 0,00050 » 0,00100 »	0,00010	0,00015

(Измененная редакция, Изм. № 3).

gost.e-ecolog.ru