



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

ГОСТ 22519.2—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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
 Плар № 080102

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/дм³.

Чувствительность метода 1 мкг в объеме 25 см³.

(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/дм³.

Аммоний надсерникоксильный по ГОСТ 20478, раствор 30 г/дм³.

Бром по ГОСТ 4109.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм³.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм³.

Никель по ГОСТ 849, марки Н0.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г, металлического никеля растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг никеля.

Раствор Б; готовят следующим образом: 2 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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).

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 см³ и растворяют соответственно в 4 и 8 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 10—20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 0,5—2 см³ брома и слабо нагревают до полного растворения осадка хлорида таллия.

Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, стенки колбы обмывают 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 30 см³ 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 см³ эфира и экстракцию таллия повторяют, как указано выше. Солянокислый раствор сливают в стакан вместимостью 50 см³, прибавляют 0,5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до паров серного ангидрида, добавляют несколько капель пероксида водорода (окисление органических веществ), охлаждают, обмывают стенки стакана 1—2 см³ воды и снова выпаривают до паров серной кислоты.

После охлаждения к остатку приливают 1 см³ раствора лимонной кислоты, нейтрализуют раствором гидроксида натрия до pH 7 (по универсальной индикаторной бумаге) и приливают 1 см³ в избыток, затем приливают 2,5 см³ раствора надсернического аммония, 2,5 см³ спиртового раствора диметилглиоксима и перемешивают. Окрашенный раствор диметилглиоксимата никеля количественно переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, 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 см³ отмеривают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б (что соответствует 0; 1; 2; 4; 6; 8 и 10 мкг никеля), разбавляют до объема 10 см³ водой, приливают 1 см³ раствора лимонной кислоты, нейтрализуют раствором гидроксида натрия до pH 7 (по универсальной индикаторной бумаге) и приливают 1 см³ 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).