УДК 669.4:543.432:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Колориметрический метод определения ртути

ГОСТ 22518.3—77

Lead of high purity. Colorimetric method for the determination of mercury

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает колориметрический метод определения массовой доли ртути в свинце высокой чистоты марок С0000, С000 и С00 в интервале от $8 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %.

Метод основан на определении ртути по реакции с дитизоном, проводимой в 0,5 моль/дм^3 растворе азотной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22518.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 22518.1.

Разд. 1а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461, очищенная перегонкой в кварцевом аппарате, разбавленная 1:3, и раствор 0,5 моль/дм^3, приготовленный на бидистилляте.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, очищенная перегонкой, раствор 0,5 моль/дм^3.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204 и раствор с концентрацией 50 г/дм^3.

Мочевина по ГОСТ 6691, ч. д. а.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Дитизон по ТУ 6-09—07—1684—89, ч. д. а., очищенный; готовят следующим образом: 1—2 г дитизона помещают в делительную воронку вместимостью 1 дм^3, добавляют 200—300 см^3 хлороформа и содержимое воронки встряхивают до растворения дитизона. Затем добавляют 300—400 см^3 воды и 3—5 см^3 аммиака плотностью 0,91 г/см^3. Дитизон извлекают в водную фазу. Извлечение повторяют несколько раз. Объединенные слабощелочные вытяжки ярко-оранжевого цвета переносят в делительную воронку и несколько раз промывают четыреххлористым углеродом. Раствор подкисляют раствором серной кислоты с концентрацией 50 г/дм^3 до слабокислой среды. Хлопья дитизона темно-зеленого цвета промывают декантацией до нейтральной среды и фильтруют через стеклянный тигель с пористым дном. Очищенный дитизон сушат и переносят в бюкс. Он служит для приготовления запасного раствора.

Запасной раствор дитизона в четыреххлористом углероде с концентрацией 0,2 г/дм^3; готовят следующим образом: 20 мг очищенного дитизона растворяют в 100 см^3 четыреххлористого углерода.

Рабочий раствор дитизона с концентрацией 0,005 г/дм^3; готовят разбавлением запасного раствора четыреххлористым углеродом в 40 раз.

Ртуть азотнокислая по ГОСТ 4520, ч. д. а., запасной раствор; готовят следующим образом: 0,1663 г азотнокислой ртути растворяют в воде, подкисляют раствор азотной кислотой и доводят объем в мерной колбе до 1 дм^3.

1 см^3 раствора содержит 100 мкг ртути.

Стандартный раствор азотнокислой ртути; готовят в день применения разбавлением запасного раствора в 100 раз раствором 0,5 моль/дм^3 азотной кислоты.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288, ч. д. а., перегнанный. Собирают фракцию с температурой кипения 76,5 °С.

Вода бидистиллированная, полученная перегонкой воды по ГОСТ 6709 в кварцевом аппарате в присутствии нескольких капель перманганата и щелочи.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. 5 г мелко нарезанного свинца помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и ведут растворение в 40 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:3.

Раствор выпаривают до объема 3—4 $см^3$. В самом конце раствор выпаривают на водяной бане.

К осадку добавляют 15—20 $см^3$ воды, раствор подогревают до растворения азотнокислого свинца, добавляют около 50 мг мочевины для уничтожения влияния окислов азота на дитизон и нагревают до кипения. Охлажденный раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50 $см^3$ и разбавляют водой до объема 25—30 $см^3$. Прибавляют в один прием 0,4—2 $см^3$ раствора дитизона, воронку энергично встряхивают в течение 1 мин и отстоявшийся четыреххлористый углерод, имеющий смешанную желто-зеленую окраску, сливают в другую делительную воронку вместимостью 25 $см^3$. Приливают 5—10 $см^3$ раствора 0,5 моль/$дм^3$ соляной кислоты и воронку несколько раз встряхивают.

В другую делительную воронку вводят раствор 0,5 моль/$дм^3$ соляной кислоты и дитизон в тех же количествах, которые содержатся в воронке с испытуемым раствором, и добавляют из микробюретки стандартный раствор азотнокислой ртути до уравнивания окраски слоев четыреххлористого углерода.

Одновременно проводят контрольный опыт на присутствие ртути в реактивах, проводя его через все стадии.

Свинец не препятствует определению. Влияние возможной примеси серебра устраняется промывкой экстракта дитизонатов раствором 0,5 моль/$дм^3$ соляной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю ртути в свинце высокой чистоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем стандартного раствора ртути, израсходованный на уравнивание окраски, $см^3$;

T — титр раствора ртути, г/$см^3$;

m — масса навески свинца, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.2. Расхождения наибольших и наименьших значений результатов трех параллельных определений (d) и результатов двух анализов (D) с доверительной вероятностью 0,95 не должны превышать допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля ртути, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов двух анализов D, %
$8 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$9 \cdot 10^{-6}$
$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
$4 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$
$8 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-5}$	$9 \cdot 10^{-5}$
$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей ртути рассчитывают по формулам

$$d = \overline{C};\ D = 1{,}1\overline{\overline{C}},$$

где $\overline{C}$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений;

$\overline{\overline{C}}$ — среднее арифметическое двух результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л.С. Гецкин, Л.К. Ларина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.05.77 № 1170**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 4520—78	Разд. 2
ГОСТ 6691—77	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 20288—74	Разд. 2
ГОСТ 22518.1—77	1а.1
ТУ 6—09—07—1684—89	Разд. 2

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 08.04.92 № 377**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1983 г., июне 1987 г., апреле 1992 г. (ИУС 5—83, 9—87, 7—92)**

gost.e-ecolog.ru