МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 20996.11— 2015

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения ртути

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила, рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 марта 2015 г. № 76-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономразвития Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 февраля 2016 г. № 44-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 20996.11—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 20996.11—82

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения ртути

Technical selenium. Method of mercury determination

Дата введения — 2016—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод измерений массовой доли ртути (в диапазоне от 0,002 % до 0,060 %).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4658—73 Ртуть. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8864—71 Реактивы. Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 20996.0—2014 Селен технический. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24104—2001[1)] Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие положения

Общие требования к методам измерений по ГОСТ 20996.0.

4 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли ртути соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли ртути, при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли ртути	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,002 до 0,006 включ.	0,001	0,001	0,002
Св. 0,006 » 0,010 »	0,003	0,002	0,004
» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
» 0,030 » 0,060 »	0,007	0,005	0,010

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны от 410 до 420 нм;
- плита нагревательная по [1], обеспечивающая температуру нагрева до 400 °С или аналогичную;
- баня водяная;
- pH-метр;
- стекло часовое;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- стаканы Н-2—100 ТХС Н-2—250 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1—100 ХС по ГОСТ 25336;
- колбы Кн-2—250—19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1;
- кислота соляная по ГОСТ 3118;
- кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1;
- кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор молярной концентрации 0,2 моль/дм^3;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- водорода пероксид по ГОСТ 10929;

- натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор массовой концентрации 500 г/дм^3 и раствор молярной концентрации 0,2 моль/дм^3;
- медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165;
- калий марганцовокислый по ГОСТ 20490;
- натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3;
- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
- ртуть по ГОСТ 4658;
- метиловый оранжевый по [2];
- фильтры обеззоленные по [3] или аналогичные.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

6 Сущность метода

Метод основан на реакции замещения ионов меди ионами ртути в диэтилдитиокарбамате меди и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны от 410 до 420 нм.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 Приготовление ацетатного буферного раствора

При приготовлении ацетатного буферного раствора молярной концентрации 0,2 моль/дм^3 с pH 4,0 смешивают 800 см^3 раствора уксусной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм^3 с 200 см^3 раствора уксуснокислого натрия, pH раствора измеряют с помощью pH-метра.

7.2 Приготовление раствора диэтилдитиокарбамата меди

Навеску сернокислой меди массой 0,004 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 50 см^3 воды и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3. Приливают аммиак до образования аммиачного комплекса меди (изменение окраски раствора от голубой до густо-синей). Приливают 4,5 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, от 20 до 25 см^3 четыреххлористого углерода и экстрагируют в течение 2 мин. Экстракцию повторяют до получения бесцветного экстракта. Органический слой собирают в другую делительную воронку и промывают два-три раза водой порциями от 30 до 40 см^3, экстрагируя 1 мин. Раствор диэтилдитиокарбамата меди помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. Полученный раствор переносят в склянку из темного стекла.

Рабочий раствор реактива готовят в день применения десятикратным разбавлением основного раствора четыреххлористым углеродом.

7.3 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

При приготовлении раствора А массовой концентрации ртути 0,1 мг/см^3 навеску ртути массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 500 см^3, приливают от 20 до 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1 и кипятят 2—3 мин для удаления оксидов азота. Охлаждают, приливают от 20 до 30 см^3 воды, кипятят и снова охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают от 40 до 45 см^3 азотной кислоты (прокипяченной для удаления оксидов азота), доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации ртути 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение 2 сут.

7.4 Построение градуировочного графика

В семь делительных воронок вместимостью 100 см^3 каждая помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 и 0,07 мг ртути. Добавляют две-три капли метилового оранжевого и нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия массовой концентрацией 500 г/дм^3 до перехода окраски раствора из красной в желтую. Разбавляют до 50 см^3 ацетатным буферным раствором и приливают от 20 до 30 см^3 рабочего раствора диэтилдитиокарбамата меди. Экстрагируют в течение 2 мин. Сливают органический слой в сухой стакан и через 20 мин изме-

ряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре (спектрофотометре), применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 413 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий ртуть.

8 Выполнение измерений

8.1 Навеску селена массой от 0,5 до 2 г (в зависимости от массовой доли ртути) помещают в низкий стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 10 до 20 см^3 азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и помещают на водяную баню. Нагревают в течение 10 мин, затем, приоткрывая стекло, приливают от 3 до 5 см^3 соляной кислоты и продолжают нагревание еще от 7 до 10 мин.

Стекло снимают, обмывают водой над стаканом, приливают от 20 до 25 см^3 горячей воды, выдерживают на водяной бане 5 мин и охлаждают. Фильтруют в мерную колбу вместимостью от 50 до 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Оставляют на 1 ч.

8.2 Навеску селена массой от 0,5 до 2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты и растворяют при слабом нагревании в течение от 5 до 10 мин. Затем добавляют 1—1,5 г марганцовокислого калия, от 5 до 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, разбавляют водой до объема от 30 до 40 см^3, прибавляют три-четыре капли пероксида водорода и кипятят до разрушения избытка пероксида.

Охлаждают и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

8.3 Отбирают аликвоту от 5 до 25 см^3 раствора, полученного по 8.1 или 8.2, помещают в делительную воронку вместимостью 100 см^3. Добавляют две-три капли метилового оранжевого и нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия массовой концентрацией 500 г/дм^3 до перехода окраски раствора из красной в желтую. Разбавляют до 50 см^3 ацетатным буферным раствором и приливают от 20 до 30 см^3 рабочего раствора диэтилдитиокарбамата меди. Экстрагируют в течение 2 мин. Сливают органический слой в сухой стакан и через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре (спектрофотометре), применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 413 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор холостого опыта. Массу ртути находят по градуировочному графику.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Массовую долю ртути X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000}, \quad (1)$$

где m_1 — масса ртути, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем раствора в мерной колбе, см^3;

m — масса навески селена, г;

V_1 — объем аликвоты раствора, см^3;

1000 — переводный множитель миллиграммов в граммы.

9.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности P = 0,95) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в 5.2.2.1 ГОСТ ИСО 5725-6.

9.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в 5.3.3 ГОСТ ИСО 5725-6.

Библиография

[1] Технические условия ТУ 4389-001-44330709—2008 — Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304

[2] Технические условия ТУ 6-09-5171—84 — Метиловый оранжевый индикатор (парадиметиламиноазобензолсульфокислый натрий) чистый для анализа

[3] Технические условия ТУ 264221-001-05015242-07[1)] — Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

[1)] Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.776:546.621.06:006.354 МКС 77.120.99

Ключевые слова: селен технический, измерение массовой доли ртути, результаты измерений, градуировочный график, средства измерений, показатели точности

Редактор *А.А. Лиске*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 09.03.2016. Подписано в печать 15.03.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 38 экз. Зак. 747.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru