МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (В И М С)



Научный совет по аналитическим методам

Химико-аналитические методы

Инструкция № 19-Х

РТУТЬ

М О С К В А - 1966 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР

Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Химико-аналитические методы
Инструкция К I9-Х

ОБЪЕМНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РТУТИ В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ ТИТРОВАНИЕМ РОДАНИСТЫМ АММОНИЕМ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья (ВИМС)
Москва, 1966 г.

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция К 19-Х рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб.

(Протокол № 3 от 10.У.1965 г.)

Председатель НСАМ — В.Г.Сочеванов

Председатель секции химико-аналитических методов — К.С.Пахомова

Ученый секретарь — Р.С.Фридман

Инструкция № I9-Х рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического Комитета СССР № 229 от 18 мая I964 г. Научным Советом по аналитическим методам (протокол № 3 от I0.У.65г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с I/УI-65 г.

ОБЪЕМНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РТУТИ В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ ТИТРОВАНИЕМ РОДАНИСТЫМ АММОНИЕМ[x/]

Сущность метода

А.А.Сауков и Н.Х.Айдиньян[4] предложили объемный метод определения ртути в минеральном сырье после ее выделения из породы дистиллящией. Объемный метод основан на образовании труднорастворимой роданистой ртути П, выпадающей в осадок при титровании азотнокислого раствора ртути раствором роданистого аммония в присутствии сернокислого железа в качестве индикатора. Розовая окраска раствора, вызываемая роданистым железом, возникает только после полного выделения белого осадка роданистой ртути[2]. Титруемый азотнокислый раствор должен быть разбавленным (1-I0%-ный раствор HNO_3 по объему), так как концентрированная азотная кислота замедляет образование роданистого железа. Температура раствора не должна превышать 25°С, так как при более высокой температуре исчезает окраска.

Определению мешают соли ртути I, которые реагируют с растворимыми роданидами, образуя металлическую ртуть и роданид ртути П, а также азотистая кислота, образующая окрашенное в красный цвет соединение с роданистоводородной кислотой. Если одновалентная ртуть и азотистая кислота присутствуют в растворе, их окисляют, прибавляя раствор марганцевокислого калия.

Определению мешают также серебро, палладий и хлориды. Серебро и палладий дают ту же реакцию, что и ртуть. В присутствии хлоридов образуется хлорид ртути, который, в отличие от нитрата, не реагирует с роданидом. От этих веществ ртуть отделяют нагреванием навески с двуокисью

x/ Внесена в НСАМ химико-аналитической лабораторией ВИМСа, I965 г.

свинца[I] или, в случае сульфидных руд, с порошком железа в стеклянной трубке Пенфильда упрощенного типа. В присутствии хлоридов отгонять ртуть следует осторожно, при температуре не выше 700°С.

Метод рекомендуется для определения ртути в минеральном сырье при содержании ее от 0,00I до 0,5%.

Допустимые расхождения[3]

Содержание ртути, абс.%	Допустимые расхождения, отн.%
0,25 - 2,0	I2 - 6
0,06 - 0,25	20 - I2
0,0I - 0,06	30 - 20

Реактивы и материалы

I. Кислота азотная, d I,4[x/]

2. Железо-аммоний сернокислое, закисное (соль Мора), мелкокристаллическая соль, свободная от хлоридов.

3. Калий марганцевокислый, 5%-ный раствор.

4. Квасцы железо-аммонийные, насыщенный раствор. Раствор подкисляют чистой бесцветной азотной кислотой до исчезновения бурой окраски.

5. Двуокись свинца, проверенная на содержание ртути.

6. Окись кальция.

7. Железо, восстановленное водородом (порошок). Продажный препарат слегка прокаливают для удаления органических веществ и адсорбированной из воздуха ртути.

8. Аммоний роданистокислый, титрованный 0,I н. раствор. Навеску 7,6 г роданистого аммония растворяют в воде, переносят в мерную колбу на I л и доливают водой до метки. I мл 0,I н. раствора роданистого аммония соответствует 0,0I003 г ртути.

Титр раствора устанавливают по навеске чистой сухой ртути так же и с теми же реактивами, как указано в ходе анализа.

0,0I н. и 0,00I н. растворы готовят разбавлением 0,I н. раствора.

---

x/ d - относительная плотность

Аппаратура

I. Трубки стеклянные для отгонки с расширением для сбора воды. Внутренний диаметр трубки 7-8 мм, длина 160-180 мм, диаметр шарика 25-30 мм.

2. Стеклянная воронка для введения навески в шарик трубки. Длина оттянутого конца около 200 мм.

Ход анализа

Навеску 0,5-I,0 г (в зависимости от содержания ртути) смешивают на часовом стекле диаметром 7-9 мм с двуокисью свинца (0,25 г) или, в случае сульфидных руд, с равным количеством чистого железа, восстановленного водородом. Если в породе содержится пирит, то количество железа удваивают. В присутствии битуминозных веществ прибавляют 0,3-0,5 г окиси кальция. Полученную смесь всыпают через воронку с оттянутым концом в шарик трубки для отгонки ртути, следя за тем, чтобы частицы смеси не попадали на стенки трубки. Постепенно разогревают шарик на слабом пламени паяльной горелки (3-4 мин), держа трубку почти горизонтально. После того как смесь нагреется до желто-красного каления, прокаливание продолжают еще I-2 минуты, непрерывно вращая шарик в пламени. Шарик уменьшается в размере, а налет ртути в виде серого кольца осаждается в нижней части трубки между шариком и кольцом, образованным конденсатом влаги. Нагревая трубку, осторожно перегоняют ртуть ближе к расширению для сбора воды (приблизительно до половины расстояния между шариком и расширением). Шарик отплавляют, пользуясь тигельными щипцами, и отбрасывают, а конец трубки оплавляют. Очень важно, чтобы при отделении шарика зеркало ртути не соприкасалось с пламенем, так как при этом возможна потеря ртути. Нужно также следить, чтобы вода не стекала обратно на раскаленное стекло.

В остывшую трубку с ртутью приливают 2 мл азотной кислоты d I,4. Раствор переносят в коническую колбу емкостью 100 мл, смывают трубку 3-4 раза водой и жидкость присоединяют к основному раствору (общий объем должен составлять около 40 мл). Прибавляют по каплям при перемеши-

вании 5%-ный раствор марганцевокислого калия до появления розовой окраски или осадка двуокиси марганца, не исчезающих в течение 5 минут. Осторожно вносят мелкие кристаллы соли Мора до исчезновения розовой окраски от избытка марганцевокислого калия (или осадка двуокиси марганца). Затем прибавляют насыщенный раствор железо-аммонийных квасцов из расчета 0,5 мл на 25 мл раствора и титруют 0,I н., 0,0I н. или 0,00I н. раствором роданистого аммония, в зависимости от содержания ртути, до неисчезающей при сильном взбалтывании слаборозовой окраски. Следует остерегаться ошибки, вызываемой тем, что раствор окажется недотитрованным, т.к. окраска к концу титрования исчезает медленно.

Содержание ртути в исследуемом материале определяют по формуле:

$$\% \text{ Hg} = \frac{T \cdot M}{H} \cdot 100,$$

где: T - титр раствора роданистого аммония, выраженный в граммах ртути;

M - количество раствора роданистого аммония, пошедшее на титрование, мл;

H - навеска, г.

Литература

I. Айдиньян Н.Х. Определение малых количеств ртути в природных объектах. Тр.ИГЕМ АН СССР. М., вып.46,I960. Вопросы геохимии II.

2. Гиллебранд В.Ф., Лендель Г.Э., Брайт Г.А., Гофман Д.И. Практическое руководство по неорганическому анализу. М., Госхимиздат, I957.

3. Изменения и дополнения к "Временной инструкции по внутрилабораторному контролю МГ и ОН СССР", I962.

4. Сауков А.А., Айдиньян Н.Х. Экспресс-метод определения ртути. Зав.лаб.2, I47, I94I.

Сдано в печать 3.I.66г.
Подписано к печати I5.III.66г.
Заказ I8. Уч.-изд.л.0,32. Л8II4I.
Тираж 900.

Ротапринт ВИМСа

gost.e-ecolog.ru