МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РТУТИ

Издание официальное

БЗ 9—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом МТК 83 «Фосфатные удобрения»

ВНЕСЕН Госстандартом Российской Федерации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 4 октября 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 31 июля 1997 г. № 270 межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.10—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения ртути

Feed phosphates.
Methods for determination of mercury

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья с массовой долей ртути от $2 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-6}$ %.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 12.3.031—83 ССБТ. Работы с ртутью. Требования безопасности
ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа
ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4520—78 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия
ГОСТ 4658—73 Ртуть. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 7298—79 Реактивы. Гидроксиламин сернокислый. Технические условия
ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия
ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия
ГОСТ 24596.0—81 Фосфаты кормовые. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования — по ГОСТ 24596.0.

4 ЭКСТРАКЦИОННО-ВИЗУАЛЬНО-КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желто-оранжевый цвет однозамещенного дитизоната ртути (II), экстракции его четыреххлористым углеродом и последующем визуально-колориметрическим определением.

Издание официальное

4.2 **Аппаратура**

Воронка делительная по ГОСТ 25336.

Секундомер или часы песочные на 2 мин.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или по нормативной документации.

Холодильник стеклянный обратный по ГОСТ 25336.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» и «красная лента».

4.3 **Реактивы**

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Углерод четыреххлористый х. ч., по ГОСТ 20288.

Государственный стандартный образец раствора соли ртути.

Ртуть металлическая марки Р-1 по ГОСТ 4658.

Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520.

Гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298.

Дитизон, ч. д. а.

Кислота азотная, х. ч., по ГОСТ 4461, растворы с массовой долей азотной кислоты 2 % и 20 %.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262 или по ГОСТ 4204 х. ч., раствор концентрации $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)$=10 моль/дм^3 (10 н.), готовят следующим образом: к объему дистиллированной воды, равному 714 см^3, добавляют осторожно небольшими порциями по стеклянной палочке 286 см^3 концентрированной серной кислоты плотностью 1,828 г/см^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор концентрации c (NH_4OH)=0,015 моль/дм^3, готовят 2 см^3 аммиака на 1000 см^3 воды.

Кислота уксусная х. ч., по ГОСТ 61, водный раствор уксусной кислоты с массовой долей уксусной кислоты 10 %.

Примечание — При работе со ртутью необходимо соблюдать общие правила техники безопасности по ГОСТ 12.3.031.

4.4 **Подготовка к анализу**

4.4.1 *Приготовление образцовых растворов*

Раствор 1 — раствор, содержащий 1 мг/см^3 ртути, готовят по ГОСТ 4212. 1,708 г азотнокислой ртути растворяют в растворе азотной кислоты с массовой долей азотной кислоты 2 % и доводят объем раствора этой же кислотой до 1 дм^3.

Раствор 2 — раствор, содержащий 100 мкг/см^3 ртути, готовят разбавлением раствора 1 водой в 10 раз.

Образцовые растворы 1 и 2 хранят в полиэтиленовых сосудах. Срок годности раствора 1 — не более полгода, раствора 2 — не более 1 недели.

Раствор 3 — раствор, содержащий 0,5 мкг/см^3 ртути, готовят разбавлением раствора 2 водой в день применения.

Для приготовления раствора 3 берут 0,5 см^3 раствора 2, содержащего 100 мкг/см^3 ртути, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Примечания

1 Допускается приготовление образцового раствора 1 из металлической ртути. Навеску ртути массой 1 г, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей азотной кислоты 20 % в мерной колбе вместимостью 1 дм^3. После растворения ртути объем доводят до метки раствором азотной кислоты с массовой долей азотной кислоты 2 %.

2 Основное вещество в образцовом растворе ртути определяют по ГОСТ 4520.

4.4.2 *Приготовление рабочих растворов*

Раствор А — раствор дитизона — 0,1 мг/см^3 в четыреххлористом углероде готовят следующим образом: 0,01 г дитизона взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в 100 см^3 четыреххлористого углерода, тщательно перемешивают, отфильтровывают через фильтр «красная лента» в темную склянку и заливают 20 см^3 серной кислоты концентрации $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)$=10 моль/дм^3 (10 н.).

Раствор А хранят в темном месте.

Раствор Б — рабочий раствор дитизона — 0,01 мг/см^3 в четыреххлористом углероде, готовят разбавлением раствора А в 10 раз четыреххлористым углеродом в день его применения.

Примечание — Перед проведением анализа серная кислота проверяется на присутствие ртути. Для этого 100 см³ серной кислоты концентрации c ($\frac{1}{2}H_2SO_4$)=10 моль/дм³ (10 н.) экстрагируется рабочим раствором дитизона (раствор Б). Если ртуть обнаружена, о чем свидетельствует образование желто-оранжевой окраски органического слоя, то серную кислоту экстрагируют рабочим раствором дитизона до исчезновения желто-оранжевой окраски. После расслоения фаз дитизоновый слой сливают, а серную кислоту, очищенную от ртути, используют для анализа.

4.4.3 *Приготовление раствора сравнения*

В делительную воронку вместимостью 250 см³ вносят 1 см³ образцового раствора 3, добавляют 100 см³ серной кислоты концентрации c ($\frac{1}{2}H_2SO_4$)=10 моль/дм³ (10 н.) и несколько кристалликов сернокислого гидроксиламина. Дают ему раствориться и проводят экстракцию ртути 5 см³ рабочего раствора Б. Воронку хорошо встряхивают в течение 2 мин. Дают отстояться, чтобы произошло расслоение фаз. Органическая фаза должна быть окрашена в желто-оранжевый цвет. Если экстракт имеет зеленую окраску, его промывают порциями 25 см³ разбавленного раствора аммиака концентрацией 0,015 моль/дм³ (1—2 капли аммиака на 25 см³ воды) для удаления свободного дитизона, пока окраска экстракта не станет желто-оранжевой. Затем экстракт встряхивают с 10 см³ уксусной кислоты для укрепления окраски экстракта.

Оранжево-желтый раствор дитизона ртути помещают в сухую кювету, фильтруя через фильтр «красная лента» (или пробирку) с толщиной слоя l=10 мм. Этот раствор используют в качестве раствора сравнения.

Экстракцию проводят в затемненной комнате!

4.5 **Проведение анализа**

Навеску образца массой 5 г, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, вносят 50 см³ раствора серной кислоты концентрации c ($\frac{1}{2}H_2SO_4$)=10 моль/дм³ (10 н.) и кипятят на электроплитке в течение 30 мин с обратным холодильником. Полученный раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки серной кислотой концентрации c ($\frac{1}{2}H_2SO_4$)=10 моль/дм³ (10 н.), перемешивают и фильтруют весь раствор через фильтр «синяя лента» в делительную воронку, добавляют несколько кристалликов сернокислого гидроксиламина, добавляют 5 см³ дитизонового раствора Б и экстрагируют. Далее анализ проводят по 4.4.3.

Сравнивают окраску анализируемого раствора с окраской раствора сравнения. Окраска анализируемого раствора не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения, равной 0,5 мкг/см³ ртути, что соответствует норме ртути $1 \cdot 10^{-5}$ %.

5 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1 **Сущность метода**

Метод основан на определении массовой доли ртути, содержащейся в кормовых фосфатах от $3 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-6}$ %, по интенсивности поглощения резонансного излучения ее атомов при длине волны 254 нм (способ холодного пара) на атомно-абсорбционном спектрофотометре после восстановления ионов ртути до элементного состояния двухлористым оловом.

5.2 **Аппаратура**

Атомно-абсорбционный спектрофотометр типа «Сатурн-2» или «Юлия-2», или другой аналогичный с непламенным атомизатором.

Холодильник обратный водяной шариковый типа ХСШ-5 по ГОСТ 25336.

Колба мерная вместимостью 1 дм³.

Фильтр бумажный обеззоленный «белая лента».

5.3 **Реактивы**

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Олово двухлористое 2-водное.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Ртуть азотнокислая окисная 1-водная по ГОСТ 4520, раствор с массовой долей азотнокислой окисной ртути 2 % и 20 %.

Ртуть металлическая марки Р-1 по ГОСТ 4658.

Государственный стандартный образец раствора соли ртути.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — При работе со ртутью необходимо соблюдать правила техники безопасности по ГОСТ 12.3.031.

5.4 **Подготовка к анализу**

5.4.1 *Приготовление растворов и реактивов*

Калий марганцовокислый, раствор $c(\frac{1}{5}KMnO_4)$=0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), готовят следующим образом: навеску марганцовокислого калия, равную 3,1610 г, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, добавляют около 100 см^3 воды и хорошо размешивают до полного растворения навески. Затем доливают водой до метки 1 дм^3.

Калий двухромовокислый, раствор $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)$=0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), готовят следующим образом: навеску калия двухромовокислого, равную 4,9032, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, добавляют около 100 см^3 воды и хорошо размешивают до полного растворения навески. Затем доводят водой до метки.

Раствор олова двухлористого массовой долей 10 %, свежеприготовленный, восстановитель.

5.4.2 *Приготовление образцовых растворов ртути*

Раствор, содержащий 1 мг/см^3 ртути, готовят по ГОСТ 4212 (раствор 1) или 1,708 г ртути азотнокислой окисной растворяют в азотной кислоте с массовой долей азотной кислоты 2 % и доводят объем раствора этой же кислотой до 1 дм^3.

Раствор, содержащий 100 мкг/см^3 ртути, готовят разбавлением раствора 1 водой в 10 раз (раствор 2).

Образцовые растворы хранят в полиэтиленовых сосудах. Срок годности раствора 1 — не более полгода, раствор 2 — не более одной недели.

Раствор, содержащий 0,5 мкг/см^3 ртути, готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 добавляют 10 см^3 калия двухромовокислого, 56 см^3 азотной кислоты, 0,5 см^3 раствора 2, охлаждают, доводят водой до метки, тщательно перемешивают (раствор 3).

Примечания

1 Допускается приготовление образцового раствора 1 из металлической ртути растворением навески массой 1 г, взвешенной с точностью до четвертого десятичного знака, в 20 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей азотной кислоты 20 % в мерной колбе вместимостью 1 дм^3. Полученный раствор доводят до метки раствором азотной кислоты с массовой долей 2 %.

2 Основное вещество в стандартном растворе ртути определяется по ГОСТ 4520.

5.4.3 *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 250 см^3 с помощью микробюретки вместимостью 2 см^3 вносят 0,5, 1,00; 1,50; 2,00; 2,50 см^3 образцового раствора 3; 0,5 см^3 раствора калия марганцовокислого, доводят водой до метки и перемешивают.

Полученные растворы сравнения, содержащие соответственно 0,001, 0,002, 0,003, 0,004, 0,005 мкг/см^3 ртути, фотометрируют в следующих условиях: длина волны 254 нм, ширина щели монохроматора 0,2 мм, скорость отбора раствора — восстановителя двухлористого олова 4,4 см^3/мин, скорость отбора анализируемой пробы 102—104 см^3/мин.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения концентрации ртути в мкг/см^3, а по оси ординат соответствующие им показания прибора. Градуировочный график проверяют ежедневно перед проведением анализа.

5.5 **Проведение анализа**

Для приготовления 25 см^3 царской водки в цилиндр вместимостью 25 см^3 наливают 10 см^3 концентрированной соляной кислоты и 15 см^3 концентрированной азотной кислоты.

Навеску образца массой 10 г, взвешенную с точностью до третьего десятичного знака, разлагают кипячением в 25 см^3 царской водки (2 HCl:3 HNO_3) с обратным холодильником (водяным) в течение 30 мин. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 (при работе на приборе «Юлия-2» раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и далее — по инструкции прибора), добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 5 мин, доливают до метки водой, перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента» и фотометрируют.

5.6 **Обработка результатов**

Массовую долю ртути X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 250 \cdot 100}{m\,10^6},$$

где C — массовая концентрация ртути в анализируемом образце, мкг/см^3;

m — масса пробы, г;

10^6 — коэффициент пересчета мкг в г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное $0{,}6 \cdot 10^{-5}$ % для кормовых фосфатов, вырабатываемых из фосфоритов Каратау и $1{,}6 \cdot 10^{-6}$ % для кормовых фосфатов, вырабатываемых из апатитового концентрата.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0{,}3 \cdot 10^{-5}$ % для кормовых фосфатов, вырабатываемых из фосфоритов Каратау и $\pm 0{,}9 \cdot 10^{-6}$ % для кормовых фосфатов, вырабатываемых из апатитового концентрата при доверительной вероятности P=0,95.

УДК 661.635:636.087:543.06:006.354 МКС 71.040.40 Л19 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: фосфаты кормовые, химический анализ, ртуть

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 05.11.97. Подписано в печать 21.01.98. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 213 экз. С1137. Зак. 838.

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

gost.e-ecolog.ru