ГОСТ 20996.11—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РТУТИ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776 : 546.49.06 : 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения ртути

Selenium. Method of mercury determination

ГОСТ 20996.11—82*

Взамен ГОСТ 10431—63 в части разд. VI

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения ртути (при массовой доле ртути 0,0005—0,06 %).

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20996.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор 10 г/дм^3.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, раствор 500 г/дм^3 и раствор 0,2 моль/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор 0,2 моль/дм^3.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, раствор 10 г/дм^3.

Ацетатный буферный раствор с pH 4,0: смешивают 800 см^3 0,2 моль/дм^3 раствора уксусной кислоты с 200 см^3 0,2 моль/дм^3 раствора уксуснокислого натрия, pH раствора устанавливают по pH-метру.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

** Издание (июль 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)*

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

Меди диэтилдитиокарбамат, раствор: навеску сернокислой меди массой 40 мг растворяют в 50 $см^3$ воды и переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 $см^3$. Добавляют аммиак до образования аммиачного комплекса меди (изменение окраски раствора от голубой до густо- (синей). Приливают 4,5 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 20—25 $см^3$ четыреххлористого углерода и экстрагируют 2 мин. Экстракцию повторяют до получения бесцветного экстракта. Органический слой собирают в другую делительную воронку и промывают 2—3 раза водой порциями по 30—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 употребления десятикратным разбавлением основного раствора четыреххлористым углеродом.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1.

Метиловый оранжевый, раствор 10 г/$дм^3$.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Стандартные растворы ртути.

Раствор А: навеску металлической ртути массой 0,1 г растворяют в 20—25 $см^3$ азотной кислоты (1 : 1), кипятят 2—3 мин для удаления окислов азота. Охлаждают, прибавляют 20—30 $см^3$ воды, кипятят и снова охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, приливают 40—45 $см^3$ азотной кислоты (прокипяченной для удаления окислов азота), доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг ртути.

Раствор Б: отбирают аликвотную часть 10 $см^3$ раствора А и переносят ее в мерную колбу 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив в течение 2 сут.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг ртути.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1 Навеску селена массой 0,5—2 г (в зависимости от массовой доли ртути) помещают в низкий стакан вместимостью 200—250 $см^3$, приливают 10—20 $см^3$ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом (стеклянной пластинкой) и помещают на водяную баню. Нагревают в течение 10 мин. Затем, приоткрыв стекло (пластинку), приливают 3—5 $см^3$ соляной кислоты и продолжают нагревание еще 7—10 мин.

Снимают стекло (пластинку), обмывают его водой над стаканом, приливают 20—25 $см^3$ горячей воды, выдерживают на водяной бане 5 мин и охлаждают. Фильтруют в мерную колбу вместимостью 50 или 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Оставляют на 1 ч.

3.2. Навеску селена массой 0,5—2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 $см^3$, приливают 10—15 $см^3$ азотной кислоты и растворяют при слабом нагревании в течение 5—10 мин. Затем добавляют 1—1,5 г калия марганцовокислого, 5—10 $см^3$ серной кислоты (1 : 1) и нагревают до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, разбавляют водой до 30—40 $см^3$, прибавляют 3—4 капли перекиси водорода и кипятят до разрушения избытка перекиси.

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

3.3. Отбирают 5—25 $см^3$ раствора, полученного как указано в п. 3.1 или п. 3.2, помещают в делительную воронку вместимостью 100—150 $см^3$. Добавляют 2—3 капли метилового оранжевого и нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия 500 г/$дм^3$ до перехода окраски раствора из красной в желтую. Разбавляют до 50 $см^3$ ацетатным буферным раствором и приливают 20—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 фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 413 нм и кювету с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу ртути находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Построение градуировочного графика.

В семь делительных воронок вместимостью по 100—150 $см^3$ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 мг ртути и далее анализ проводят как указано в п. 3.3. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий

ртуть. Разница светопоглощения раствора реактива и анализируемого соответствует ослаблению поглощения, вызванного ионами ртути.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1 Массовую долю ртути (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000},$$

где m_1 — количество ртути, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески селена, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Массовая доля ртути, %	Абсолютное допустимое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	полученных в лабораториях разных предприятий
До 0,0020	0,0005	0,0009
От 0,002 до 0,006 включ.	0,001	0,002
Св. 0,006 » 0,010 »	0,002	0,004
» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,005
» 0,030 » 0,060 »	0,005	0,010

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 16.08.2000. Усл. печ. л. 0,47.
Уч.-изд. л. 0,37. Тираж 101 экз. С 5646. Зак 708.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru