Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси тяжелых металлов

ГОСТ 17319—76

Reagents. Methods for the determination of heavy metals

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.77

Настоящий стандарт устанавливает сероводородный и тиоацетамидный методы определения примеси тяжелых металлов в неорганических и органических реактивах, основное вещество которых не реагирует с сероводородом и тиоацетамидом.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 806—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При выполнении операций взвешивания применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104* 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. Навеску анализируемого реактива, в зависимости от содержания в нем тяжелых металлов, и предельно допустимую массу тяжелых металлов в миллиграммах, а также предварительную обработку навески (нейтрализация, удаление газообразных продуктов с помощью кислот, упаривание и т. д.) указывают в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Масса тяжелых металлов (в пересчете на свинец) в навеске анализируемого реактива должна быть:

0,01—0,1 мг — при определении сероводородным методом;

0,005—0,1 мг — при определении тиоацетамидным методом, при этом в растворах сравнения для построения градуировочного графика масса свинца должна быть: 0,005, 0,010, 0,020, 0,030, 0,050, 0,075 и 0,100 мг.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.3. Навеску анализируемого реактива, а также навески реактивов для приготовления необходимых растворов, применяемых для определения содержания тяжелых металлов, взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.4. Содержание примеси тяжелых металлов определяют не менее чем в двух параллельных навесках; за окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение параллельных определений.

1.5. Для приготовления растворов реактивов, применяемых для анализа, используют реактивы квалификации химически чистый или чистый для анализа, если нет других указаний в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

1.6. Раствор с концентрацией свинца 1 мг/см^3 готовят по ГОСТ 4212.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.7. Если при растворении или разложении навески анализируемого реактива применяют реактивы, содержащие примесь тяжелых металлов, в результат вводят поправку на содержание тяжелых металлов в применяемых реактивах, определяемую контрольными опытами (не менее двух).

1.8. При проведении анализа после прибавления каждого реактива растворы перемешивают.

1.9. Если при визуальном сравнении окраски анализируемого раствора и растворов сравнения имеют разные оттенки, в раствор сравнения вводят часть (от $^1/_5$ до $^1/_2$ навески) анализируемого реактива и соответственно увеличивают навеску для анализируемого раствора.

1.10. При определении тяжелых металлов в реактивах, растворимых в воде, имеющих нейтральную реакцию раствора и не реагирующих с сероводородом (для сероводородного метода) или с тиоацетамидом и гидроокисью натрия (для тиоацетамидного метода), определение проводят непосредственно в водных растворах анализируемых реактивов.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.11. Применяемые для нейтрализации реактив и индикатор указывают в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

1.12. При определении тяжелых металлов в реактивах, не растворимых в воде, определение проводят после растворения реактива в соляной кислоте. Избыток соляной кислоты удаляют нейтрализацией или выпариванием.

1.13. При невозможности непосредственного определения тяжелых металлов, а также в реактивах, не растворимых в соляной кислоте или реагирующих с сероводородом или тиоацетамидом, проводят предварительную подготовку к анализу, согласно указаниям в нормативно-технической документации на анализируемый реактив или по одному из способов, описанных в разд. 2.

1.14. Все работы, связанные с нагреванием препаратов и их растворов, проводят в вытяжном шкафу.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Пипетки 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.

Цилиндр 2—50 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, х. ч., раствор с массовой долей 50 %.

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., концентрированная и раствор с массовой долей 25 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %.

Натрий сернокислый 10-водный по ГОСТ 4171, х. ч., раствор с массовой долей 10 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Методы удаления органического вещества

2.2.1. *Удаление органического вещества прокаливанием при 500 °С (для легко разлагающихся веществ)*

Навеску препарата помещают в фарфоровый тигель, обугливают на песчаной бане или электроплитке и прокаливают в муфельной печи при 500 °С до получения остатка белого цвета.

Прокаленный остаток после охлаждения растворяют в 1 см^3 раствора соляной кислоты, раствор количественно переносят водой в цилиндр, нейтрализуют раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге до pH 7 и доводят объем раствора водой до 30 см^3, если определение проводят сероводородным методом, или до 20 см^3, если определение проводят тиоацетамидным методом.

2.2.2. *Удаление органического вещества прокаливанием при 500 °С с добавлением серной кислоты* (для веществ, неразлагающихся при 500 °С)

Навеску препарата помещают в фарфоровый тигель, обугливают на песчаной бане или электроплитке, охлаждают, смачивают 1 см^3 серной кислоты, нагревают на песчаной бане или электро-

плитке до удаления паров серной кислоты, затем прокаливают в муфельной печи при температуре не выше 500 °С до получения остатка белого цвета.

Если остаток содержит частички несгоревшего угля, на что указывает темный цвет, остаток смачивают водой, высушивают на водяной бане и снова прокаливают при той же температуре. При необходимости операцию повторяют.

Прокаленный остаток после охлаждения обрабатывают 2 см^3 раствора соляной кислоты и 1 см^3 раствора азотной кислоты или 2 см^3 раствора уксуснокислого аммония, выпаривают на кипящей водяной бане досуха, остаток охлаждают и растворяют в 1 см^3 раствора соляной кислоты, раствор количественно переносят водой в цилиндр, нейтрализуют раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге до pH 7 и доводят объем раствора водой до 30 см^3, если определение проводят сероводородным методом, или до 20 см^3, если определение проводят тиоацетамидным методом.

2.2.1, 2.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.2.3. *Удаление органического вещества прокаливанием при 500 °С с добавлением серной кислоты и последующей обработкой азотной кислотой (для веществ, требующих при разложении дополнительного окисления)*

Навеску препарата помещают в фарфоровый тигель, прибавляют 1 см^3 серной кислоты и нагревают на песчаной бане или электроплитке до удаления паров серной кислоты. Остаток охлаждают, обрабатывают 1 см^3 концентрированной азотной кислоты и снова выпаривают на песчаной бане или электроплитке, затем прокаливают в муфельной печи при температуре не выше 500 °С до получения остатка белого цвета.

Дальнейшую обработку прокаленного остатка проводят по п. 2.2.2.

2.2.4. *Удаление органического вещества прокаливанием при 650 °С с добавлением 10-водного сернокислого натрия и серной кислоты (для трудно разлагающихся веществ)*

Навеску препарата помещают в фарфоровый тигель, прибавляют 0,5 см^3 раствора 10-водного сернокислого натрия, высушивают на водяной бане, обугливают на песчаной бане или электроплитке, охлаждают, смачивают 1 см^3 серной кислоты, нагревают на песчаной бане или электроплитке до удаления паров серной кислоты, затем прокаливают в муфельной печи при 650 °С до получения остатка белого цвета. Дальнейшую обработку прокаленного остатка проводят по п. 2.2.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. СЕРОВОДОРОДНЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании окрашенных сульфидов тяжелых металлов, интенсивность окраски которых сравнивают визуально с окраской растворов сравнения, содержащих определенную массу свинца в миллиграммах. Определение проводят в уксуснокислой среде в присутствии уксуснокислого аммония. Чувствительность метода составляет 0,01 мг свинца в 30 см^3 раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Кн-1—100—14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227.

Пробирка П4—50—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 2—50 по ГОСТ 1770.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор с массовой долей 10 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода сероводородная, готовят по ГОСТ 4517, свежеприготовленная.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. ледяная.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. 30 см^2 нейтрального анализируемого раствора, отмеренного цилиндром, помещают в колбу или пробирку с притертыми или резиновыми пробками, прибавляют 1 см^3 уксусной кислоты, 1 см^3 раствора уксуснокислого аммония, перемешивают, добавляют 10 см^3 сероводородной воды и закрывают колбу или пробирку пробкой. Одновременно готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме массу свинца в миллиграммах, указанную в стандарте на анализируемый реактив, и те же количества реактивов.

Окраску анализируемого раствора и раствора сравнения сравнивают через 10 мин на молочном или черном матовом фоне в проходящем свете перпендикулярно к продольной оси пробирки или колбы.

Если окраска растворов слабая, наблюдение проводят вдоль продольной оси в рассеянном свете или на молочном фоне.

Окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3.2. При необходимости определения 0,005 мг свинца растворение навески проводят в объеме 10 $см^3$, определение проводят с такими же количествами реактивов и с выдержкой растворов перед сравнением в течение 15 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ТИОАЦЕТАМИДНЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании окрашенных сульфидов тяжелых металлов, интенсивность окраски которых определяют визуально, сравнивая с раствором сравнения, содержащим определенную массу свинца в миллиграммах, или фотометрически. Фотометрическое определение проводят, если анализируемый реактив содержит тяжелые металлы только в виде свинца или меди. Определение проводят в щелочной среде. Для связывания железа, мешающего определению, применяют виннокислый калий-натрий.

Чувствительность метода составляет 0,005 мг свинца в 20 $см^3$ раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 по ТУ 3—3.1766, ТУ 3—3.1860, ТУ 3—3.2164 или прибор с такой же погрешностью (1 %), имеющий светофильтр с максимумом поглощения (400±5) нм.

Колба Кн-2—50—22 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 1—25—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 29227.

Пробирка П4—50—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 2—50 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, раствор с массовой долей 20 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %.

Тиоацетамид, раствор с массовой долей 2 %, готовят по ГОСТ 4517, фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента»; годен в течение 3 сут.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Визуально-колориметрическое определение

20 $см^3$ нейтрального анализируемого раствора, отмеренного цилиндром, помещают в коническую колбу или пробирку, прибавляют пипетками 1 $см^3$ раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, 2 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, 1 $см^3$ раствора тиоацетамида и 1 $см^3$ воды. Общий объем раствора — 25 $см^3$.

Одновременно готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме массу свинца в миллиграммах, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и те же количества реактивов.

Окраску анализируемого раствора и растворов сравнения сравнивают через 10 мин на фоне молочного стекла в проходящем свете.

Окраска анализируемого раствора не должна быть интенсивнее окраски сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4. Фотометрическое определение

4.4.1. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят семь растворов сравнения. Для этого в мерные колбы помещают растворы, содержащие в 20 $см^3$ соответственно 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,050; 0,075 и 0,100 мг свинца.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий свинца.

К каждому раствору прибавляют 1 см^3 раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, 2 см^3 раствора гидроокиси натрия и 1 см^3 раствора тиоацетамида. Объем растворов доводят водой до метки.

Через 10 мин измеряют оптические плотности растворов сравнения по отношению к контрольному раствору в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, при длине волны 400 нм. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс введенные в растворы сравнения массы свинца в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение оптической плотности трех параллельных определений. Градуировочный график должен иметь вид прямой линии.

График проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при замене реактивов или фотоэлектроколориметра.

4.4.2. *Проведение анализа*

20 см^3 нейтрального анализируемого раствора, отмеренного цилиндром, помещают в коническую колбу, прибавляют пипетками 1 см^3 раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, 2 см^3 раствора гидроокиси натрия, 1 см^3 раствора тиоацетамида и 1 см^3 воды и перемешивают. Общий объем раствора — 25 см^3.

Одновременно готовят контрольный раствор так же, как при построении градуировочного графика.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу тяжелых металлов в анализируемом растворе в миллиграммах.

4.4.1, 4.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.4.3—4.4.3.3. **(Исключены, Изм. № 1).**

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При фотометрическом определении за результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, указанного в таблице. Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ также указаны в таблице.

Масса свинца (Pb), мг	Допускаемое расхождение $d_{отн}$, %	Пределы допускаемой суммарной погрешности Δ, % отн.	Масса свинца (Pb), мг	Допускаемое расхождение $d_{отн}$, %	Пределы допускаемой суммарной погрешности Δ, % отн.
0,005	50	±25	0,030	20	±10
0,010	30	±20	0,050	15	±10
0,020	30	±20	0,075	15	±10
			0,100	15	±10

5.2. Относительная ошибка при визуально-колориметрическом определении составляет 20 %.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ О СООТВЕТСТВИИ ГОСТ 17319—76 и СТ СЭВ 806—77

Вводная часть ГОСТ 17319 соответствует вводной части СТ СЭВ 806—77,
разд. 1 соответствует разд. 1;
п. 2.1 соответствует п. 2.1;
п. 2.2.1 соответствует п. 2.2;
п. 2.2.2 соответствует п. 2.3;
п. 2.2.3 соответствует п. 2.4;
п. 2.2.4 соответствует п. 2.5;
п. 3.1 соответствует пп. 3.1.1 и 3.3;
п. 3.2 соответствует п. 3.1.2;
п. 3.3 соответствует п. 3.1.3:
п. 4.1 соответствует пп. 3.2.1 и 3.3;
п. 4.2 соответствует п. 3.2.2;
п. 4.3 соответствует п. 3.2.3;
п. 4.4 соответствует п. 3.2.4;
п. 4.4.1 соответствует п. 3.2.4;
п. 4.4.2 соответствует п. 3.2.4.2;
п. 5.1 соответствует п. 3.5;
п. 5.2 соответствует п. 3.4.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 06.08.76 № 1897

3. ВЗАМЕН ГОСТ 17319—71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	3.2	ГОСТ 4517—87	3.2, 4.2
ГОСТ 1770—74	2.1, 3.2, 4.2	ГОСТ 5845—79	4.2
ГОСТ 3117—78	2.1, 3.2	ГОСТ 6709—72	2.1, 3.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1	ГОСТ 24104—88	1.1а
ГОСТ 4171—76	2.1	ГОСТ 25336—82	3.2, 4.2
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 27025—86	1.1а
ГОСТ 4212—76	1.6	ГОСТ 29227—91	2.1, 3.2, 4.2
ГОСТ 4328—77	4.2	ТУ 3—3.1766—82	4.2
ГОСТ 4461—77	2.1	ТУ 3—3.1860—85	4.2
		ТУ 3—3.2164—89	4.2

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

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1979 г., феврале 1987 г. (ИУС 1—80, 5—87)

gost.e-ecolog.ru