

СВИНЕЦ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ**Колориметрический метод определения ртути****ГОСТ
22518.3—77**Lead of high purity. Colorimetric method
for the determination of mercuryОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает колориметрический метод определения массовой доли ртути в свинце высокой чистоты марок С0000, С000 и С00 в интервале от $8 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %.

Метод основан на определении ртути по реакции с дитизоном, проводимой в 0,5 моль/дм³ растворе азотной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22518.1.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 22518.1.
Разд. 1а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461, очищенная перегонкой в кварцевом аппарате, разбавленная 1:3, и раствор 0,5 моль/дм³, приготовленный на бидистилляте.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, очищенная перегонкой, раствор 0,5 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и раствор с концентрацией 50 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691, ч. д. а.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Дитизон по ТУ 6-09—07—1684—89, ч. д. а., очищенный; готовят следующим образом: 1—2 г дитизона помещают в делительную воронку вместимостью 1 дм³, добавляют 200—300 см³ хлороформа и содержимое воронки встряхивают до растворения дитизона. Затем добавляют 300—400 см³ воды и 3—5 см³ аммиака плотностью 0,91 г/см³. Дитизон извлекают в водную фазу. Извлечение повторяют несколько раз. Объединенные слабощелочные вытяжки ярко-оранжевого цвета переносят в делительную воронку и несколько раз промывают четыреххлористым углеродом. Раствор подкисляют раствором серной кислоты с концентрацией 50 г/дм³ до слабокислой среды. Хлопья дитизона темно-зеленого цвета промывают декантацией до нейтральной среды и фильтруют через стеклянный тигель с пористым дном. Очищенный дитизон сушат и переносят в бюкс. Он служит для приготовления запасного раствора.

Запасной раствор дитизона в четыреххлористом углероде с концентрацией 0,2 г/дм³; готовят следующим образом: 20 мг очищенного дитизона растворяют в 100 см³ четыреххлористого углерода.

Рабочий раствор дитизона с концентрацией 0,005 г/дм³; готовят разбавлением запасного раствора четыреххлористым углеродом в 40 раз.

Ртуть азотнокислая по ГОСТ 4520, ч. д. а., запасной раствор; готовят следующим образом: 0,1663 г азотнокислой ртути растворяют в воде, подкисляют раствор азотной кислотой и доводят объем в мерной колбе до 1 дм³.

1 см³ раствора содержит 100 мкг ртути.

Стандартный раствор азотнокислой ртути; готовят в день применения разбавлением запасного раствора в 100 раз раствором 0,5 моль/дм³ азотной кислоты.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288, ч. д. а., перегнанный. Собирают фракцию с температурой кипения 76,5 °С.

Вода бидистиллированная, полученная перегонкой воды по ГОСТ 6709 в кварцевом аппарате в присутствии нескольких капель перманганата и щелочи.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. 5 г мелко нарезанного свинца помещают в стакан вместимостью 250 см³ и ведут растворение в 40 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3.

Раствор выпаривают до объема 3—4 см³. В самом конце раствор выпаривают на водяной бане.

К осадку добавляют 15—20 см³ воды, раствор подогревают до растворения азотнокислого свинца, добавляют около 50 мг мочевины для уничтожения влияния окислов азота на дитизон и нагревают до кипения. Охлажденный раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50 см³ и разбавляют водой до объема 25—30 см³. Прибавляют в один прием 0,4—2 см³ раствора дитизона, воронку энергично встряхивают в течение 1 мин и отстоявшийся четыреххлористый углерод, имеющий смешанную желто-зеленую окраску, сливают в другую делительную воронку вместимостью 25 см³. Приливают 5—10 см³ раствора 0,5 моль/дм³ соляной кислоты и воронку несколько раз встряхивают.

В другую делительную воронку вводят раствор 0,5 моль/дм³ соляной кислоты и дитизон в тех же количествах, которые содержатся в воронке с испытуемым раствором, и добавляют из микробюретки стандартный раствор азотнокислой ртути до уравнивания окраски слоев четыреххлористого углерода.

Одновременно проводят контрольный опыт на присутствие ртути в реактивах, проводя его через все стадии.

Свинец не препятствует определению. Влияние возможной примеси серебра устраняется промывкой экстракта дитизонатов раствором 0,5 моль/дм³ соляной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю ртути в свинце высокой чистоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем стандартного раствора ртути, израсходованный на уравнивание окраски, см³;

T — титр раствора ртути, г/см³;

m — масса навески свинца, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.2. Расхождения наибольших и наименьших значений результатов трех параллельных определений (d) и результатов двух анализов (D) с доверительной вероятностью 0,95 не должны превышать допусковых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля ртути, %	Расхождение результатов параллельных определений d , %	Расхождение результатов двух анализов D , %
$8 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$9 \cdot 10^{-6}$
$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
$4 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$
$8 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-5}$	$9 \cdot 10^{-5}$
$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей ртути рассчитывают по формулам

$$d = \bar{C}; D = 1,1\bar{C},$$

где \bar{C} — среднее арифметическое результатов параллельных определений;

\bar{C} — среднее арифметическое двух результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР
РАЗРАБОТЧИКИ
Л.С. Гецкин, Л.К. Ларина
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.05.77 № 1170
3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 4520—78	Разд. 2
ГОСТ 6691—77	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 20288—74	Разд. 2
ГОСТ 22518.1—77	1а.1
ТУ 6—09—07—1684—89	Разд. 2

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 08.04.92 № 377
6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1983 г., июне 1987 г., апреле 1992 г. (ИУС 5—83, 9—87, 7—92)