
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
17319—
2019

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси тяжелых металлов

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт химических реактивов и особо чистых химических веществ» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (ФГУП НИЦ «Курчатовский институт» — ИРЕА)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 60 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2019 г. № 120-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 августа 2019 г. № 465-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 17319—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 17319—76

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартиформ, оформление, 2019



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Общие требования	2
4 Требования безопасности	3
5 Подготовка к анализу	3
6 Сероводородный метод	4
7 Тиоацетамидный метод	5
8 Обработка результатов	6

Поправка к ГОСТ 17319—2019 Реактивы. Методы определения примеси тяжелых металлов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси тяжелых металлов

Reagents. Methods for determination of heavy metals

Дата введения — 2020—06—01

1 Область применения

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и оборудование

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2053 Реактивы. Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4171 Реактивы. Натрия сульфат 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.

Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

3.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При выполнении операций взвешивания применяют весы лабораторные по ГОСТ 24104 высокого класса точности (II) с ценой деления (дискретностью отсчета) не более 0,01 г с наибольшим пределом взвешивания 800 г.

3.2 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 документе по стандартизации на анализируемый реактив.

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

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

от 0,005 до 0,1 мг — при определении тиацетамидным 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.

3.4 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.

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

3.6 Для приготовления растворов реактивов, применяемых для анализа, используют реактивы квалификации «химически чистый» или «чистый для анализа».

Допускается использовать реактивы более высокой квалификации или импортные аналоги, по качеству не уступающие указанным в настоящем стандарте, если в документе по стандартизации на анализируемый реактив нет других указаний.

3.7 Раствор с концентрацией свинца 1 мг/см³ готовят по ГОСТ 4212.

3.8 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).

3.9 При проведении анализа после прибавления каждого реактива растворы перемешивают.

3.10 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.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

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

3.12 Применяемые для нейтрализации реактив и индикатор указывают в документе по стандартизации на анализируемый реактив.

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

3.14 При невозможности непосредственного определения тяжелых металлов, а также в реактивах, нерастворимых в соляной кислоте или реагирующих с сероводородом или тиацетамидом, проводят предварительную подготовку к анализу согласно указаниям в документе по стандартизации на анализируемый реактив или по одному из способов, описанных в разделе 6.

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

3.16 Допускается использование других средств измерений, оборудования, вспомогательных устройств и лабораторной посуды с аналогичными или более высокими техническими и метрологическими характеристиками.

4 Требования безопасности

4.1 Работающие в лаборатории должны соблюдать требования инструкций по охране труда, правил безопасности и проходить предварительные и периодические медицинские осмотры в соответствии с порядком и сроками, установленными органами здравоохранения. Лица моложе 18 лет и беременные женщины к работе не допускаются.

4.2 вновь поступающие на работу допускаются к исполнению своих обязанностей после прохождения вводного инструктажа о соблюдении мер безопасности, инструктажа на рабочем месте и собеседования по вопросам техники безопасности.

4.3 Все работающие в лаборатории должны быть обеспечены необходимой спецодеждой и средствами индивидуальной защиты.

4.4 Помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.5 При работе в лаборатории необходимо соблюдать требования техники безопасности по ГОСТ 12.1.007.

4.6 Производственные помещения и лаборатории, в которых проводятся работы, должны быть обеспечены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Также должны быть предусмотрены местные вытяжные устройства.

Работу с концентрированными кислотами и щелочами проводят только в вытяжном шкафу и с использованием защитных средств (перчаток, очков). В местах хранения кислот недопустимо нахождение легковоспламеняющихся веществ.

4.7 В случае попадания кислоты на кожу пораженное место следует немедленно промыть в течение 10—15 мин под струей воды, затем обмыть 2 %-ным раствором питьевой соды или мыльным водным раствором и наложить сухую повязку.

Также предусмотрены следующие меры первой помощи:

- при ингаляционном воздействии химических веществ — свежий воздух, покой;
 - при попадании внутрь — прополоскать рот водой;
 - при попадании в глаза — обильно промыть большим количеством воды в течение 10—15 мин.
- Во всех случаях следует обратиться к врачу.

5 Подготовка к анализу

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

Кислота серная, х. ч., по ГОСТ 4204.

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

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

5.2 Методы удаления органического вещества

5.2.1 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 см³ 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 см³, если определение проводят сероводородным методом, или до 20 см³, если определение проводят тиаоацетамидным методом.

5.2.2 Удаление органического вещества прокаливанием при 500 °С с добавлением серной кислоты (для веществ, не разлагающихся при 500 °С)

Навеску препарата помещают в фарфоровый тигель, обугливают на песчаной бане или электроплитке, охлаждают, смачивают 1 см³ серной кислоты, нагревают на песчаной бане или электроплитке 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 см³ раствора соляной кислоты и 1 см³ раствора азотной кислоты или 2 см³ раствора уксуснокислого аммония, выпаривают на кипящей водяной бане досуха, остаток охлаждают и растворяют в 1 см³ 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 см³, если определение проводят сероводородным методом, или до 20 см³, если определение проводят тиаоацетамидным методом.

5.2.3 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 см³ серной кислоты и нагревают на песчаной бане или электроплитке до удаления паров серной кислоты. Остаток охлаждают, обрабатывают 1 см³ концентрированной азотной кислотой 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 5.2.2.

5.2.4 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 см³ раствора 10-водного сернокислого натрия, высушивают на водяной бане, обугливают на песчаной бане или электроплитке, охлаждают, смачивают 1 см³ 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 5.2.2.

6 Сероводородный метод

6.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании окрашенных сульфидов тяжелых металлов, интенсивность окраски которых сравнивают визуально с окраской растворов сравнения, содержащих опре-

деленную массу свинца в миллиграммах. Определение проводят в уксуснокислой среде в присутствии уксуснокислого аммония. Чувствительность метода составляет 0,01 мг свинца в 30 см³ раствора.

6.2 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, х. ч., по ГОСТ 3117, раствор с массовой долей 10 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода сероводородная; готовят по ГОСТ 4517, свежеприготовленная.

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

Натрий сернистый 9-водный, ч. д. а., по ГОСТ 2053, свежеприготовленный.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 30 см³ нейтрального анализируемого раствора, отмеренного цилиндром, помещают в колбу или пробирку с притертыми или резиновыми пробками, прибавляют 1 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора уксуснокислого аммония, перемешивают, добавляют 10 см³ сероводородной воды или 2 см³ раствора сульфида натрия 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 не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения.

6.3.2 При необходимости определения 0,005 мг свинца растворение навески проводят в объеме 10 см³, определение проводят с такими же количествами реактивов и с выдержкой растворов перед сравнением в течение 15 мин.

7 Тиацетамидный метод

7.1 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 см³ раствора.

7.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр с погрешностью измерения не более 1 % любого типа с возможностью измерения поглощения на выбранной длине волны или снабженный светофильтром или прибор с такой же погрешностью, имеющий светофильтр с максимумом пропускания (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, ч. д. а., по ГОСТ 5845, раствор с массовой долей 20 %.

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

Таблица 1 — Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$

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

8.2 Относительная ошибка при визуальном колориметрическом определении составляет 20 %.

Ключевые слова: реактивы, примеси, тяжелые металлы

БЗ 6—2019/38

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 18.08.2019. Подписано в печать 28.08.2019. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. п. 1,40 Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Поправка к ГОСТ 17319—2019 Реактивы. Методы определения примеси тяжелых металлов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)