

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****СВИНЕЦ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ****Колориметрический метод определения ртути****Lead of high purity. Colorimetric method  
for the determination of mercury****ГОСТ  
22518.3—77**

ОКСТУ 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 дитизионом, проводимой в  $0,5$  моль/дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>, приготовленный на бидистилляте.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, очищенная перегонкой, раствор  $0,5$  моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и раствор с концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

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 дм<sup>3</sup>, добавляют 200—300 см<sup>3</sup> хлороформа и содержимое воронки встряхивают до растворения дитизона. Затем добавляют 300—400 см<sup>3</sup> воды и 3—5 см<sup>3</sup> аммиака плотностью 0,91 г/см<sup>3</sup>. 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/дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 20 мг очищенного дитизона растворяют в 100 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода.

Рабочий раствор дитизона с концентрацией 0,005 г/дм<sup>3</sup>; 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 дм<sup>3</sup>.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 100 мкг ртути.

Стандартный раствор азотнокислой ртути; готовят в день применения разбавлением запасного раствора в 100 раз раствором 0,5 моль/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> и ведут растворение в 40 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:3.

Раствор выпаривают до объема 3—4 см<sup>3</sup>. В самом конце раствор выпаривают на водяной бане.

К осадку добавляют 15—20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> и разбавляют водой до объема 25—30 см<sup>3</sup>. Прибавляют в один прием 0,4—2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>. Приливают 5—10 см<sup>3</sup> раствора 0,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и воронку несколько раз встряхивают.

В другую делительную воронку вводят раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$T$  — титр раствора ртути, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — 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 допускаемых 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)**