

ГОСТ 4520—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

**РТУТЬ (II) АЗОТНОКИСЛАЯ
1-ВОДНАЯ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ*

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В. Грязнов, Т.Г. Манова, И.Л. Ротенберг, Е.Н. Яковлева, Н.Д. Печникова,
Л.В. Кидиярова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 08.02.78 № 396

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4520—68

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.4, 3.6, 3.8.1
ГОСТ 3760—79	3.7
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4233—77	3.8.1
ГОСТ 4461—77	3.2.2, 3.8.1, 3.9
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.8.1
ГОСТ 9147—80	3.4
ГОСТ 10163—76	3.8.1
ГОСТ 10555—75	3.6
ГОСТ 10671.5—74	3.4
ГОСТ 10671.7—74	3.5
ГОСТ 12601—76	3.5
ГОСТ 17319—76	3.7
ГОСТ 24104—88	3.1a
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.4, 3.5, 3.8.1, 3.9
ГОСТ 25794.2—83	3.8.1
ГОСТ 25794.3—83	3.2.1
ГОСТ 27025—86	3.1a
ГОСТ 27067—86	3.2.1
ГОСТ 27068—86	3.8.1
ГОСТ 27184—86	3.3

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1988 г. (ИУС 6—88)

Переиздание (по состоянию на октябрь 2008 г.)

* См. примечание ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» (с. 6).

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

РТУТЬ (II) АЗОТНОКИСЛАЯ I-ВОДНАЯ

ГОСТ
4520—78

Технические условия

Reagents. Mercury (II) nitrate monohydrate.
Specifications

ОКП 26 2421—00 2004*

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на I-водную азотнокислую ртуть (II), которая представляет собой бесцветные прозрачные кристаллы; расплывается на воздухе, легко растворима в азотной кислоте, нерастворима в этиловом спирте.

Формула $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 342,62.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. I-водная азотнокислая ртуть (II) должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям I-водная азотнокислая ртуть (II) должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2421 0023 01	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2421 0022 02	Чистый (ч.) ОКП 26 2421 0021 03
1. Массовая доля I-водной азотнокислой ртути (II) $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ %, не менее	99	99	98
2. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,005	0,010	0,020
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,005	0,010
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002	0,003
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0005	0,0010
6. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	0,001	0,002
7. Массовая доля солей закисной ртути (Hg^{+1}), %, не более	0,1	0,1	0,3
8. Растворимость в растворе азотной кислоты с массовой долей 10 %	Испытание по п. 3.9		Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* См. примечание ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» (с. 6).

© Издательство стандартов, 1978

© Издательство стандартов, 1998

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

- 2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.
 2.2. Определение массовых долей остатка после прокаливания железа и тяжелых металлов изготовитель проводит периодически в каждой 10-й партии.
(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

- 3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 100 г.
 3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.
 При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.
 Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

- 3.2. Определение массовой доли 1-водной азотнокислой ртути (II)
 Определение проводят сразу же после вскрытия банки.

3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

- Бюретка 1(2)—2—50—0,1.
 Колба Кн-2—250—24/29 ТХС по ГОСТ 25336.
 Пипетка 6(7)—2—5—(10).
 Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.
 Аммоний роданистый по ГОСТ 27067 раствор концентрации $c(\text{NH}_4\text{CNS})=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Квасцы железозаммонийные, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %.

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,5000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты. К раствору прибавляют 40 см³ воды, 1 см³ раствора железозаммонийных квасцов и титруют раствором роданистого аммония до изменения окраски раствора.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю 1-водной азотнокислой ртути (II) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,01713 \cdot 100}{m}$$

- где V — объем раствора роданистого аммония концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;
 m — масса навески препарата, г;
 0,01713 — масса 1-водной азотнокислой ртути (II), соответствующая 1 см³ раствора роданистого аммония концентрации точно 0,1 моль/дм³.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать допускаемого расхождения, равного 0,2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3. Определение массовой доли остатка после прокаливания

Определение проводят по ГОСТ 27184 из навески 10,00 г в фарфоровом тигле. При этом тигель с препаратом помещают в холодную муфельную печь, постепенно нагревают и прокаливают при 700 °С—800 °С до постоянной массы.

Остаток сохраняют для определения массовой доли железа, как указано в п. 3.6.

3.4. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 2,00 г препарата помещают в фарфоровую выпарительную чашку 3 (ГОСТ 9147), растворяют в 5 см³ раствора соляной кислоты с массовой до-

лей 25 %, выпаривают раствор досуха на водяной бане (в вытяжном шкафу) и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане для частичного удаления солей ртути. Сухой остаток растворяют в 2 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, выпаривают досуха и выдерживают на водяной бане в течение 30 мин. Затем остаток растворяют в 2 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ (ГОСТ 1770), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см³ полученного раствора (соответствуют 1 г препарата) для препарата квалификаций химически чистый и чистый для анализа и 12,5 см³ полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) для препарата квалификации чистый помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (ГОСТ 25336), доводят водой до 26 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом, прибавляя для препарата квалификации чистый 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 % и не прибавляя раствор соляной кислоты для препарата квалификаций химически чистый и чистый для анализа.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

- для препарата химически чистый — 0,02 мг;
- для препарата чистый для анализа — 0,05 мг;
- для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов определение проводят фототурбидиметрическим методом.

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7.

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с притертой пробкой), прибавляют 50 см³ воды, перемешивают и прибавляют небольшими порциями при тщательном перемешивании 5 г цинкового порошка (ГОСТ 12601, марка ПЦ-2), перемешивают в течение 1 мин и выдерживают 30 мин, периодически перемешивая. Затем фильтруют через обеззолненный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей водой. Первую порцию фильтрата отбрасывают.

20 см³ фильтрата (соответствуют 2 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (ГОСТ 25336), прибавляют 10 см³ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим (в объеме 40 см³) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

- для препарата химически чистый — 0,02 мг;
- для препарата чистый для анализа — 0,04 мг;
- для препарата чистый — 0,06 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов определение проводят фототурбидиметрическим методом.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение хлоридов в приемлемом количестве цинкового порошка. При обнаружении примеси в результате анализа вносят поправку.

3.6. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом к остатку после прокалывания, полученному по п. 3.3, прибавляют 5 см³ раствора соляной кислоты, тигель накрывают часовым стеклом и нагревают на кипящей водяной бане до полного растворения остатка (около 30 мин). Раствор из тигля количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ (ГОСТ 1770), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор А. Раствор сохраняют для определения массовой доли тяжелых металлов по п. 3.7.

20 см³ раствора А (соответствуют 2 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³) и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

- для препарата химически чистый — 0,004 мг;
- для препарата чистый для анализа — 0,010 мг;
- для препарата чистый — 0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически.

3.7. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 10 см³ раствора А, полученного по п. 3.6 (соответствуют 1 г препарата), помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760) с массовой долей 10 % по универсальной индикаторной бумаге до рН 7 (проба на вынос), доводят объем раствора водой до 20 см³ и далее определение проводят тиоацетамидным методом фотометрически или визуально-колориметрически.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса тяжелых металлов не будет превышать:

- для препарата химически чистый — 0,01 мг;
- для препарата чистый для анализа — 0,01 мг;
- для препарата чистый — 0,02 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят фотометрически.

3.2.1—3.7. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8. Определение массовой доли солей закисной ртути

3.8.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 1(2)—2—5—0,02.

Колба Кн-1—250—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2—2—25 и 6(7)—2—5.

Стакан В(Н)-1—100 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Йод по ГОСТ 4159, раствор концентрации $c(1/2 J_2)=0.02$ моль/дм³ (0,02 н.), свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 25794.2.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей крахмала 0,5 %.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068; раствор концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,02$ моль/дм³ (0,02 н.), свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 25794.2.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей 20 %.

3.8.2. Проведение анализа

5,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³, прибавляют раствор, содержащий 49,5 см³ воды и 0,5 см³ азотной кислоты, и перемешивают до растворения препарата. Затем прибавляют при перемешивании 15 см³ раствора хлористого натрия, тщательно перемешивают и выдерживают 12 ч.

При выпадении осадка жидкость фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 5,5 см, количественно переносят осадок на фильтр и промывают 50 см³ воды. Фильтрат и промывные воды отбрасывают.

Фильтр с осадком помещают в коническую колбу (с притертой пробкой) вместимостью 250 см³, прибавляют пипеткой (2—2—25) 25 см³ раствора йода, закрывают колбу пробкой, тщательно перемешивают и оставляют в темном месте на 1 ч при периодическом перемешивании.

Избыток йода оттитровывают раствором 5-водного серноватистокислого натрия при энергичном перемешивании, добавляя в конце титрования в качестве индикатора раствор крахмала.

Одновременно в таких же условиях проводят контрольный опыт с 25 см³ раствора йода.

3.8.3. Обработка результатов

Массовую долю солей закисной ртути Hg⁺¹ (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,004012 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,02 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

V_2 — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,02 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,004012 — масса солей закисной ртути, соответствующая 1 см³ раствора йода концентрации точно 0,02 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать допускаемого расхождения, равного 0,02 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.9. Определение растворимости в растворе азотной кислоты с массовой долей 10 %

2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (ГОСТ 25336) и растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461) с массовой долей 10 %. Раствор при визуальном наблюдении должен быть бесцветным и не содержать нерастворимых веществ.

3.8.1—3.8.3, 3.9. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-2, 2т-4.

Группа фасовки: III, IV, V.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.2, классификационный шифр 6212).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте конкретного вида.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 1-водной азотнокислой ртути (II) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — шесть месяцев со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. По степени воздействия на организм человека 1-водная азотнокислая ртуть (II) относится к веществам I-го класса опасности. Предельно допустимая концентрация ее в воздухе рабочей зоны — 0,2 мг/м³, среднесменная — 0,05 мг/м³.

6.2. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования и тары, а также механизация производственных процессов, устраняющая ручные операции.

Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Разд. 6. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИМЕЧАНИЕ ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

На первой странице дополнить кодом: МКС 71.040.30 (указатель «Национальные стандарты», 2008)
Информационные данные. Ссылочные нормативно-технические документы:
ГОСТ 24104—88. С Июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

Редактор *В.И. Колысов*
Технический редактор *И.С. Гришанова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.И. Золотаревой*

Подписано в печать 21.01.2009. Формат 60x84¹/₈. Бумага офсетная. Гарнитура Тайме. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,69. Тираж 94 экз. Зак. 1180.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6