



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

РТУТЬ (I) АЗОТНОКИСЛАЯ 2-ВОДНАЯ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4521—78

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

Реактивы

РТУТЬ (I) АЗОТНОКИСЛАЯ
2-ВОДНАЯ

Технические условия

Reagents. Mercury (I) nitrate dihydrate.
Specifications

ОКП 26 2421 0010 06

ГОСТ
4521-78Срок действия
с 01.01.79
до 01.01.94**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на 2-водную азотнокислую ртуть (I), которая представляет собой бесцветные кристаллы, растворимые в воде, подкисленной азотной кислотой; на воздухе выветривается.

Формула $Hg_2(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 561,22.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 2-водная азотнокислая ртуть (I) должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 2-водная азотнокислая ртуть (I) должна соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2421 0013 03	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2421 0012 04	Чистый (ч) ОКП 26 2421 0011 05
1. Массовая доля 2-водной азотнокислой ртути (I) ($Hg_2(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$), %, не менее	99	98	97
2. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,005	0,020	0,050
3. Массовая доля нерастворимых в азотной кислоте веществ, %, не более	0,03	0,05	0,10
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,010	Не нормируется
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002	0,005
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0005	0,0010
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0010	0,0010	0,0025
8. Массовая доля солей окисной ртути (Hg^{+2}), %, не более	0,2	0,5	1,0

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Определение массовых долей остатка после прокаливания, железа и тяжелых металлов изготовитель проводит в каждой 10-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 150 г.

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 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 2-водной азотнокислой ртути (I)

3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюretка 1(2) — 2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—250—24/29 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 4(5) — 2—1(2) и 2(3) — 2—50 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3) — 50 по ГОСТ 1770—74.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор концентрации c (NH_4CNS) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3—83.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148—78.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации c (1/5 KMnO_4) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Квасцы железоаммонийные, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с массовой долей 25%.

3.2.2. Проведение анализа

Около 1,0000 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 25 см³ раствора азотной кислоты.

К раствору медленно при постоянном перемешивании прибавляют раствор марганцовокислого калия (около 40—50 см³) до появления сохраняющейся в течение 2—3 мин розовой окраски или до выделения хлопьевидного осадка коричневого цвета. Затем к жидкости в колбе прибавляют порциями по 0,2—0,3 г тонко растертого 7-водного сернокислого железа (II) до обесцвечивания раствора и полной его прозрачности.

Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают. 50 см³ полученного раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов и титруют из бюретки раствором роданистого аммония до изменения окраски.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю 2-водной азотнокислой ртути (I) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,01403 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50} ,$$

где V — объем раствора роданистого аммония концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,01403 — масса 2-водной азотнокислой ртути (I), соответствующая 1 см³ раствора роданистого аммония концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 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—86 из навески 10,00 г в фарфоровом тигле. При этом тигель с препаратом помещают в холодную муфельную печь, постепенно нагревают и прокаливают при 700—800°C до постоянной массы.

Остаток сохраняют для определения массовой доли железа в соответствии с п. 3.7.

3.1—3.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Определение массовой доли не растворимых в азотной кислоте веществ

3.4.1. Аппаратура и реактивы

Колбы Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Тигель ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, растворы с массовой долей 1 и 25%.

3.4.2. Проведение анализа

10,00 г тонкорастертого препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25%, 45 см³ воды и периодически перемешивают до полного растворения препарата (около 30 мин). Раствор фильтруют через предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный тигель (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 1%, затем трижды водой и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата химически чистый — 3 мг,

для препарата чистый для анализа — 5 мг,

для препарата чистый — 10 мг.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом 1,00 г тонко растертого препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³) или в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ воды, 0,4 см³ раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461-77) с массовой долей 25% и перемешивают до полного растворения препарата. Затем прибавляют 20 см³ воды, 1,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой, отбрасывая первую порцию фильтрата.

25 см³ фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в фарфоровую чашку вместимостью 50 см³ и выпаривают на водяной бане досуха. К остатку приливают 2 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25% и снова выпаривают досуха на водяной бане.

Сухой остаток растворяют в 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, количественно переносят в коническую колбу вместимостью 50—100 см³ (с меткой 26 см³), доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ I) методом, не прибавляя 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%.

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

для препарата химически чистый — 0,025 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,050 мг.

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

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7-74. При этом 2,00 г тонко растертого препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с притертой пробкой), прибавляют 50 см³ воды, перемешивают и прибавляют небольшими порциями при энергичном перемешивании 2 г цинкового порошка (ГОСТ 12601-76, марка ПЦ-2), перемешивают в течение 1 мин и оставляют на 30 мин, периодически перемешивая. Затем фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей водой, отбрасывая первую порцию фильтрата.

25 см³ фильтрата (соответствуют 1 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 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 — 0,01 мг,
- для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,
- для препарата чистый — 0,05 мг.

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

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

3.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом к остатку после прокаливания, полученному по п. 3.3, прибавляют 3 см³ раствора соляной кислоты, тигель накрывают часовым стеклом и нагревают на кипящей водяной бане до полного растворения ос татка (около 30 мин).

Раствор из тигля количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ (ГОСТ 1770—74), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор А. Раствор сохраняют для определения массовой доли тяжелых металлов по п. 3.8.

30 см³ раствора А (соответствуют 3 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 — 0,006 мг,
- для препарата чистый для анализа — 0,015 мг,
- для препарата чистый — 0,030 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 20 см³ раствора А, полученного по п. 3.7 (соответствуют 2 г препарата), помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760—79) с массовой долей 10% по универсальной индикаторной бумаге до pH 7 (проба на вынос) 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 — 0,02 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,
для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят фотометрическим методом.

3.4.1—3.8. (Измененная редакция, Изд. № 1).

3.9. Определение массовой доли солей окисной ртути

3.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Кн-2—50—18 ТХС и Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—10, 2(3)—2—20 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Вода сероводородная; готовят по ГОСТ 4517—87, свежеприготовленная.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25%.

Раствор, содержащий Hg^{2+} ; готовят по ГОСТ 4212—76.

3.9.2. Проведение анализа

0,50 г тонко растертого препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и быстро растворяют в 3 см³ дистиллированной воды, подкисленной 0,1 см³ азотной кислоты. К раствору прибавляют 10 см³ дистиллированной воды, 1 см³ раствора соляной кислоты, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента». Остаток на фильтре промывают 5 см³ дистиллированной воды, фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), доводят объем фильтрата дистиллированной водой до метки и перемешивают.

20 см³ раствора (соответствуют 0,2 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 20 см³ дистиллированной воды, 10 см³ сероводородной воды и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,4 мг Hg^{2+} ,

для препарата чистый для анализа — 1,0 мг Hg^{2+} ,

для препарата чистый — 2,0 мг Hg^{2+} ,

0,4 см³ раствора соляной кислоты и 10 см³ сероводородной воды.

3.9.1; 3.9.2. (Измененная редакция, Изд. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-2, 2т-4.

Группа фасовки: III, IV, V.

Транспортируемая маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—81 (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 данном виде транспорта.

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 2-водной азотнокислой ртути (I) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — два года со дня изготовления.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 2-водная азотнокислая ртуть (I) ядовита при попадании внутрь, соприкосновении с кожей и при вдыхании пыли. По степени воздействия на организм человека относится к веществам 1-го класса опасности. Предельно допустимая концентрация ее в воздухе рабочей зоны — 0,2 мг/м³, средне-сменная — 0,05 мг/м³.

6.2. Определение паров ртути в воздухе основано на их поглощении раствором иода в КJ и последующей колориметрии окрашенного комплекса Cu₂(HgJ₄) на фоне белой взвеси СJ.

6.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены, не допускать попадания препарата внутрь организма, на кожу и слизистые оболочки.

6.4. 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. 5; 6. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г. В. Грязнов, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, В. Н. Смородинская, Е. К. Богословова, Т. К. Палдина, Л. В. Кидиярова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 02.02.78 № 347.

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4521-68.

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770-74	3.2.1; 3.4.1; 3.7, 3.9.1
ГОСТ 3118-77	3.9.1
ГОСТ 3760-79	3.8
ГОСТ 3885-73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4148-78	3.2.1
ГОСТ 4212-76	3.9.1
ГОСТ 4461-77	3.2.1; 3.4.1; 3.5, 3.9.1
ГОСТ 4517-87	3.9.1
ГОСТ 4919.1-77	3.2.1
ГОСТ 6709-72	3.2.1; 3.4.1; 3.9.1
ГОСТ 10555-75	3.7
ГОСТ 10671.5-74	3.5
ГОСТ 10671.7-74	3.6
ГОСТ 12601-76	3.6
ГОСТ 14192-77	4.1
ГОСТ 17319-76	3.8
ГОСТ 19433-81	4.1
ГОСТ 20292-74	3.2.1; 3.4.1; 3.9.1
ГОСТ 20490-75	3.2.1
ГОСТ 24104-88	3.1a
ГОСТ 25336-82	3.2.1; 3.4.1; 3.9.1
ГОСТ 25794.2-83	3.2.1
ГОСТ 25794.3-83	3.2.1
ГОСТ 27025-86	3.1a
ГОСТ 27067-86	3.2.1
ГОСТ 27184-86	3.3

5. Срок действия продлен до 01.01.94

Постановлением Госстандарта от 05.03.88 № 476

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1989 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1988 г. (ИУС 5-88).

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *Г. И. Чуйко*

Сдано в наб 20 03 89 Подп в печ 11 05 89 0,75 усл п л 0,75 усл кр -отт 0,60 уч изд л
Тир 5000 Цена 3 к

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер, д 3
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул Даряус и Гирено, 39 Зак 801