



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

РЕАКТИВЫ

**РТУТЬ (II) АЗОТНОКИСЛАЯ
1-ВОДНАЯ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4520—78

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

РТУТЬ (II) АЗОТНОКИСЛАЯ 1-ВОДНАЯ

Технические условия

ГОСТ
4520—78Reagents Mercury (II) nitrate monohydrate
Specifications

ОКП 26 2421—00 2004

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на 1-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. 1-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 1-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 1-водный 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

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Определение массовых долей остатка после прокаливания железа и тяжелых металлов изготавливатель 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 реагентов 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, реагенты и растворы

Бюretteка 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 железоаммонийные, 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 железоаммонийных 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-водный азотнокислой ртути (II), соответствующая 1 см³ раствора роданистого аммония концентрации точно 0,1 моль/дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое 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—800 °C 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 долей 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 щадительном перемешивании 5 г цинкового порошка (ГОСТ 12601, марка ПЦ-2), перемешивают в течение 1 мин и выдерживают 30 мин, периодически перемешивая. Затем фильтруют через обеззоленный 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 применяемом количестве цинкового порошка. При обнаружении примеси в результат анализа вносят поправку.

3.6. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом к остатку после прокаливания, 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 pH 7 (проба на вынос), доводят объем раствора водой до 20 см³ и далее определение проводят тиоацетамидным методом фотометрически или визуально-колориметрически.

С. 4 ГОСТ 4520—78

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 дистилированная 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 притергой 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 среднее арифметическое 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 данном виде транспорта.

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 1-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).

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)

Редактор В.Н. Копысов
 Технический редактор В.Н. Прускакова
 Корректор В.И. Конуркина
 Компьютерная верстка А.Н. Золотарево

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95 Сдано в набор 08.07.98 Подписано в печать 07.08.98 Усл. печ.л. 0,93 Уч.-изд.л. 0,69
 Тираж 188 экз С 944 Зак. 598

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип “Московский печатник”, Москва, Лялин пер., 6
 Плр № 080102