

Реактивы
дитизон
(дифенилтиокарбазон)
Reagents. Dithizone

ГОСТ
10165—62*

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР 18/VI 1962 г. Срок введения установлен

с 1/VII 1964 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Дитизон — мелкокристаллический порошок черного цвета, трудно растворим в воде, спирте и эфире, лучше — в четыреххлористом углероде и хлороформе:

Эмпирическая формула: $C_{13}H_{12}N_4S$.

Структурная формула: $S = C \begin{cases} \diagup & \text{NH—NH—C}_6\text{H}_5 \\ \diagdown & \text{N=N—C}_6\text{H}_5 \end{cases}$

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1959 г.) — 256,39.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1. Дитизон должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателей	Нормы	
	Чистый для анализа	Чистый
1. Максимум кривой светопоглощения раствора 1 : 250000 в ммк	605 ± 5	605 ± 5
2. Оптическая плотность раствора 1 : 250000 в максимуме, не менее	0,607	0,150
3. Чувствительность к иону Pb^{2+}	1 : 20000000	1 : 5000000

Цена 2 коп.

Внесен Государственным комитетом Совета Министров ССР по химии

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Перериздание (февраль 1972 г.) с изменением № 1, принятым в ноябре 1971 г.

Продолжение

Наименования показателей	Нормы	
	Чистый для анализа	Чистый
4. Нерастворимый в хлороформе остаток в %, не более	1,0	2,0
5. Остаток после прокаливания (в виде сульфатов) в %, не более	0,2	0,3
6. Тяжелые металлы (Pb) в %, не более	0,002	Не нормируется

Причесание. Величина оптической плотности 0,607 соответствует содержанию основного вещества в препарате — 85%.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 11 1971 г.).

II. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2. Приемку и отбор проб производят по ГОСТ 3885—66. Общий вес средней отобранный пробы должен быть не менее 5 г.

3. Определение максимума кривой светопоглощения и оптической плотности раствора

а) Применяемые реактивы и приборы

Хлороформ (трихлорметан) по ГОСТ 3160—51, х. ч., перегнанный при температуре 59,5—60°C.

Кюветы с толщиной поглащающего свет слоя 10 мм.

Спектрофотометр СФ-4.

б) Проведение испытания

0,1 г препарата взвешивают с точностью до 0,001 г, помещают в сухую мерную колбу вместимостью 250 мл, растворяют в хлороформе, доводят объем раствора хлороформом до метки и перевешивают — раствор 1.

10 мл раствора 1 помещают в сухую мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора хлороформом до метки и перемешивают — раствор 2 (раствор применяют для определения чувствительности к Pb).

10 мл раствора 2 помещают в сухую мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора хлороформом до метки и перемешивают — раствор 3.

Раствор 3 спектрофотометрируют по отношению к хлороформу (по способу, указанному в «Описании и руководстве к пользованию спектрофотометром СФ-4»)* в интервале длин волн 530—650 мкм через каждые 5 мкм.

Препарат считают соответствующим стандарту, если кривая светопоглощения раствора препарата имеет максимум при длине волны 605 ± 5 мкм и оптическую плотность раствора при максимальном светопоглощении;

для препарата чистый для анализа не менее 0,607,
для препарата чистый не менее 0,450

Примечание. По измеренной величине оптической плотности можно рассчитать содержание основного вещества дитизона в процентах (X) по следующей формуле:

$$X = \frac{D \cdot 256,38 \cdot 250 \cdot 100 \cdot 100}{45800 \cdot 0,1 \cdot 1000} = D \cdot 140,$$

где:

D — величина оптической плотности раствора препарата;
256,38 — молекулярный вес препарата;
45800 — коэффициент молярного поглощения раствора дитизона в хлороформе при длине волны 605 мк.

4. Определение чувствительности к иону Pb^{2+}

а) Применяемые реагенты и растворы. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53. Натрий тетраборнокислый 0,05 М раствор, готовят по ГОСТ 4919—68.

Раствор, содержащий Pb , готовят по ГОСТ 4212—62, соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,001 мг/мл Pb . Раствор должен быть свежеприготовленным.

Хлороформ по ГОСТ 3160—51.

б) Проведение испытания

В четыре одинаковые пробирки из бесцветного стекла типа ПНШ или ПГНШ вместимостью 10—20 мл (ГОСТ 10515—63) помещают в каждую по 0,5 мл раствора 2 (приготовленного по п. 3), прибавляют по 4,5 мл хлороформа, перемешивают и помещают: в первую пробирку — 0,00025 мг Pb^{2+} , во вторую — 0,0005 мг Pb^{2+} , в третью — 0,001 мг Pb^{2+} (соответственно 0,25 мл, 0,5 мл, 1,0 мл раствора, содержащего 0,001 мг/мл Pb^{2+}). В четвертой пробирке находится контрольный раствор, не содержащий Pb .

Объемы растворов во всех пробирках доводят водой до 6 мл, взвешивают, прибавляют по 1 мл раствора тетраборнокислого натрия и снова взвешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если после отстаивания:

для препарата чистый для анализа серовато-голубая окраска хлороформного слоя в первой пробирке будет заметно отличаться от зеленоватой окраски хлороформного слоя в контрольной пробирке;

для препарата чистый окраска хлороформного слоя в третьей пробирке будет заметно отличаться от окраски хлороформного слоя в контрольной пробирке, и во всех пробирках будет отчетливо видна градация интенсивности окрасок.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 11 1971 г.).

5. Определение нерастворимого остатка в хлороформе. 0,1 г дитизона взвешивают с точностью до 0,001 г

и растворяют в 10 мл хлороформа (трихлорметане) по ГОСТ 3160—51, х. ч., перемешивают в течение 5 мин и фильтруют через стеклянный фильтр-тигель № 3.

Остаток на фильтре промывают 15 мл хлороформа и сушат до постоянного веса при температуре 100°C.

Содержание нерастворимого в хлороформе остатка в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес высушенного остатка в г;

G — навеска испытуемого препарата в г.

6. Определение остатка после прокаливания. 0,5 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г в фарфоровом тигле, предварительно прокаленном до постоянного веса, осторожно нагревают на песчаной бане, а затем на горелке до обугливания.

Охлажденный остаток смачивают 0,5 мл азотной кислоты (по ГОСТ 4461—67) и 0,5 мл серной кислоты (по ГОСТ 4204—66), нагревают до удаления паров серной кислоты и прокаливают в муфеле при температуре 700—800°C до постоянного веса.

Остаток после прокаливания в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{G_2 \cdot 100}{G},$$

где:

G_2 — вес прокаленного остатка в г;

G — навеска испытуемого препарата в г.

6а. Определение содержания тяжелых металлов

а) Применяемые реактивы и растворы

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—70, 20%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 10%-ный раствор.

Раствор, содержащий Pb, готовят по ГОСТ 4212—62.

Тиоацетамид, 2%-ный раствор, профильтрованный через плотный беззольный фильтр; раствор годен к применению в течение 3—4 дней.

б) Проведение испытания

Остаток после прокаливания (полученный по п. б) обрабатывают 0,5 мл соляной кислоты и 0,2 мл азотной кислоты и выпаривают досуха. Полученный остаток растворяют при нагревании в 20 мл воды и 0,5 мл соляной кислоты, раствор помещают в колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 30 мл) и нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге раствором гидрата окиси натрия. К раствору прибавляют 0,5 мл раствора виннокислого калия-натрия, 2 мл раствора гидрата окиси натрия, 1 мл раствора тиоацетамида, доводят объем раствора водой до 30 мл и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 мин окраска испытуемого раствора будет не интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Pb, 0,5 мл раствора виннокислого калия-натрия, 2 мл раствора гидрата окиси натрия и 1 мл раствора тиоацетамида.

При необходимости в результат определения вносят поправку, определяемую контрольным опытом, на содержание тяжелых металлов в применяемом количестве азотной, соляной кислот и гидрата окиси натрия, пошедшем на нейтрализацию испытуемого раствора.

(Введен дополнительно — «Информ. указатель стандартов» № 11 1971 г.).

III. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

7. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—66.

Вид упаковки: БО-1, ПРО-1.

Группа фасовки: I и II.

Замена

ГОСТ 3885—66 введен взамен ГОСТ 3885—59.

ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.

ГОСТ 4461—67 введен взамен ГОСТ 4461—48.

Редактор В. С. Бабкина

Сдано в наб. 23/XII 1971 г.

Подп. в печ. 23/III 1972 г.

0,375 печ. л.

Тираж 6000

Издательство стандартов. Москва, Д-22 Новопресненский пер, 3
Загорская типография Заказ № 7062

МЕЖДУНАРОДНАЯ СИСТЕМА ЕДИНИЦ (СИ)

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
	русское	международное	
ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ			
ДЛИНА	метр	м	м
МАССА	килограмм	кг	kg
ВРЕМЯ	секунда	с	s
СИЛА ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ТОКА	ампер	А	A
ТЕРМОДИНАМИЧЕСКАЯ ТЕМПЕРАТУРА КЕЛЬВИНА	kelvin	K	K
СИЛА СВЕТА	кандела	cd	cd
ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ			
Плоский угол	радиан	рад	rad
Телесный угол	стерадиан	ср	sr
ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ			
Площадь	квадратный метр	m^2	m^2
Объем, вместимость	кубический метр	m^3	m^3
Плотность	килограмм на кубический метр	kg/m^3	kg/m^3
Скорость	метр в секунду	м/с	m/s
Угловая скорость	радиан в секунду	рад/с	rad/s
Сила; сила тяжести (вес)	ньютон	Н	N
Давление; механическое напряжение	паскаль	Па	Pa
Работа; энергия; количество теплоты	дюйуль	Дж	J
Мощность; тепловой поток	ватт	Вт	W
Количество электричества; электрический заряд	кулон	Кл	C
Электрическое напряжение, электрический потенциал, разность электрических потенциалов, электродвижущая сила	вольт	В	V
Электрическое сопротивление	ом	Ом	Ω
Электрическая проводимость	сименс	См	S
Электрическая емкость	фарада	Ф	F
Магнитный поток	вебер	Вб	Wb
Индуктивность, взаимная индуктивность	генри	Г	H
Удельная теплоемкость	дюйуль на килограмм-кельвин	$J/(kg \cdot K)$	$J/(kg \cdot K)$
Теплопроводность	ватт на метр-кельвин	$W/(m \cdot K)$	$W/(m \cdot K)$
Световой поток	люмен	лм	lm
Яркость	кандела на квадратный метр	cd/m^2	cd/m^2
Освещенность	люкс	лк	lx

МНОЖИТЕЛИ И ПРИСТАВКИ ДЛЯ ОБРАЗОВАНИЯ ДЕСЯТИЧНЫХ КРАТНЫХ И ДОЛЬНЫХ ЕДИНИЦ И ИХ НАИМЕНОВАНИЙ

Множитель, на который умножается единица	Приставка	Обозначение		Множитель, на который умножается единица	Приставка	Обозначение	
		русское	международное			русское	международное
10^{12}	тера	Т	T	10^{-2}	(санти)	с	C
10^9	гига	Г	G	10^{-3}	милли	м	M
10^6	мега	М	M	10^{-6}	микро	мк	μ
10^3	кило	к	k	10^{-9}	нано	н	n
10^2	(гекто)	Г	h	10^{-12}	пико	п	p
10^1	(дека)	да	da	10^{-15}	фемто	ф	f
10^{-1}	(дэци)	д	d	10^{-18}	атто	а	a

Примечание: В скобках указаны приставки, которые допускается применять только в наименованиях кратных и дольных единиц уже получивших широкое распространение [например, сантиметр, дециметр, децилитр, сантиметр].