

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ДИТИЗОН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 10165—79

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленкости

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г. В. Грязнов, И. В. Галич, Т. Г. Манова, М. Б. Недув, И. Л. Ротенберг, В. Н. Сологуб, Е. Н. Яковлева, А. В. Мухина, Л. В. Кидиярова

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии В. Ф. Ростунов

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 января 1979 г. № 287

УДК 547.622'497-41 : 006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

ДИТИЗОН

Технические условия

Reagents Dithizone. Specifications

ГОСТ 10165—79

Взамен ГОСТ 10165—62

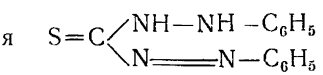
Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 января 1979 г. № 287 срок действия установлен

с 01.01. 1980 г.
до 01.01. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — дитизон (дифенилтиокарбазон), представляющий собой мелкокристаллический порошок черного цвета; трудно растворим в воде, спирте и эфире, лучше — в четыреххлористом углероде и хлороформе.

Формулы: эмпирическая $C_{13}H_{12}N_4S$

структурная 

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 256,32.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Дитизон должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям дитизон должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1979

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.)	Чистый (ч.)
1. Максимум кривой светопоглощения раствора 1 : 250000, нм	605±5	605±5
2. Оптическая плотность раствора 1 : 250000 в максимуме, не менее	0,607	0,450
3. Отношение величин оптических плотностей раствора 1 : 250000 при длине волны 605 и 445 нм, не менее	1,55	Не нормируют
4. Чувствительность к иону Pb^{2+}	1:20000000	1:5000000
5. Массовая доля остатка, нерастворимого в хлороформе, %, не более	0,5	1,5
6. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,2	0,3
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	Не нормируют

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Дитизон в виде пыли может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

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

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 5 г.

4.2. Определение максимума кривой светопоглощения, оптической плотности раствора в максимуме и отношения величин оптических плотностей раствора при 605 и 445 нм.

4.2.1. *Реактивы и приборы*

Хлороформ, фракция 59,5—60°С, свежеперегнанная.

Спектрофотометр типа СФ-4А, СФ-10 или СФ-16; кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

4.2.2. *Проведение анализа*

0,1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в сухую мерную колбу вместимостью 250 мл, растворяют в хлороформе, доводят объем раствора хлороформом до метки и перемешивают — раствор 1.

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

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

Раствор 3 фотометрируют по отношению к хлороформу в интервале длин волн 410—650 нм через каждые 10 нм, а вблизи максимумов — через каждые 5 нм.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если кривая светопоглощения раствора препарата имеет максимум при длине волны 605±5 нм, оптическую плотность раствора при максимальном светопоглощении:

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

для препарата чистый — не менее 0,450

и отношение величины оптической плотности раствора при 605 нм к величине оптической плотности раствора при 445 нм для препарата чистый для анализа — не менее 1,55.

4.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю дитизона (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{D\cdot 256{,}32\cdot 250\cdot 100\cdot 100}{45800\cdot 0{,}1\cdot 1000},$$

где D — величина оптической плотности раствора препарата;

256,32 — молекулярная масса препарата, г;

45800 — коэффициент молярного поглощения раствора дитизона в хлороформе при длине волны 605 нм;

0,1 — масса навески препарата, г.

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

4.3.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрий тетраборнокислый, 0,05 М раствор; готовят по ГОСТ 4919.2—77.

Раствор, содержащий Pb; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают раствор с концентрацией Pb 0,001 мг/мл; раствор должен быть свежеприготовленным.

Хлороформ, фракция 59,5—60°С, свежеперегнанная.

4.3.2. *Проведение анализа*

В четыре одинаковых пробирки из бесцветного стекла вместимостью 10—20 мл (ГОСТ 10515—75) помещают по 0,5 мл раствора 2, приготовленного по п. 4.2.2., прибавляют по 4,5 мл хлороформа, перемешивают и помещают: в первую пробирку—0,00025 мг; во вторую—0,0005 мг; в третью—0,001 мг Pb^{2+} (соответственно 0,25, 0,5 и 1,0 мл раствора с концентрацией Pb^{2+} 0,001 мг/мл). Четвертая пробирка остается в качестве контрольной и раствор, содержащий Pb^{2+}, в нее не добавляют.

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

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если после отстаивания:

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

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

4.4. Определение массовой доли остатка, нерастворимого в хлороформе

0,2 г дитизона взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в 50 мл хлороформа, перемешивают в течение 5 мин и фильтруют через фильтрующий тигель ТФ ПОР40 (ГОСТ 9775—69), предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Остаток на фильтре промывают 50 мл хлороформа и сушат при 100°С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 3 мг.

4.5. Определение массовой доли остатка после прокаливания

0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г в фарфоровом тигле, предварительно прокаленном до постоянной массы и взвешенном с погрешностью не более 0,0002 г. Препарат разлагают при осторожном нагревании на песчаной бане до получения однородной жидкой вязкой массы, после чего нагревают на песчаной бане до полного обугливания. Тигель с содержимым

охлаждают, остаток смачивают 0,5 мл азотной кислоты (ГОСТ 4461—77) и 0,5 мл серной кислоты (ГОСТ 4204—77), нагревают до удаления паров кислот, после чего прокаливают в муфельной печи при 500°С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 1,5 мг.

4.6. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и помещают частями по 0,5 г в фарфоровый тигель. Препарат разлагают при осторожном нагревании на песчаной бане до получения однородной жидкой вязкой массы (перед внесением следующей части навески тигель с содержимым охлаждают). После проведения разложения тигель нагревают на песчаной бане до полного обугливания и охлаждают. Затем содержимое тигля смачивают 1 мл концентрированной азотной кислоты (ГОСТ 4461—77) и 1 мл концентрированной серной кислоты (ГОСТ 4204—77), нагревают на песчаной бане до удаления паров кислот, после чего прокаливают в муфельной печи при 500°С до получения светлого остатка.

Остаток после прокаливания обрабатывают 1,5 мл концентрированной соляной кислоты (ГОСТ 3118—77) и 0,5 мл концентрированной азотной кислоты и выпаривают досуха на кипящей водяной бане. Полученный остаток растворяют при нагревании в 1 мл 25%-ного раствора соляной кислоты и количественно переносят с помощью 15 мл воды в коническую колбу вместимостью 50 мл (с меткой на 20 мл). Раствор нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге 10%-ным раствором аммиака (ГОСТ 3760—64) до pH 7 и доводят объем раствора водой до метки. Далее определение проводят тиоацетамидным методом, фотометрически или визуально-колориметрически.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса тяжелых металлов не будет превышать для препарата чистый для анализа — 0,01 мг.

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

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: Бо-1, Бо-5п, ПРо-1, Фо-1.

Группа фасовки: I, II, III, IV.

5.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

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

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования, установленных стандартом.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления. По истечении указанного срока препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие его качества требованиям настоящего стандарта.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 06.02.79 Подп. в печ. 01.03.79 0,5 п. л 0.28 уч.-изд л Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов Москва Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6 Зак 134