

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ЦИНКА ОКИСЬ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 10262—73

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.47-31-41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

ЦИНКА ОКИСЬ

Технические условия

Reagents. Zinc oxide. Specifications

ГОСТ 10262—73

ОКП 26 1121 1080 06

Срок действия с 01.01.74
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на окись цинка, представляющую собой аморфный порошок белого или слегка желтоватого цвета; нерастворимый в воде, растворимый в минеральных кислотах, уксусной кислоте, в растворах щелочей, аммиака и углекислого аммония.

Формула ZnO.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 81,38.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Окись цинка должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

1.1. По химическим показателям окись цинка должна соответствовать значениям, указанным в табл. 1.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

Таблица 1

Наименование показателя	Значение		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 1121 1083 03	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 1121 1082 04	Чистый (ч.) ОКП 26 1121 1081 05
1. Массовая доля окиси цинка (ZnO), %, не менее	99,5	99,5	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,005	0,005	0,010
3. Массовая доля нитратов, (NO_3), %, не более	0,0005	0,0005	0,001
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,005	0,010
5. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005	0,0005	Не нормируется
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,001	0,004
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0003	0,0005	0,0010
8. Массовая доля калия (K), %, не более	0,005	0,005	0,005
9. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,001	0,005	0,010
10. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,001	0,010	Не нормируется
11. Массовая доля марганца (Mn), %, не более	0,0002	0,0002	0,0005
2. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00005	0,00005	0,00020
13. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005	0,0005	0,0010
14. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,005	0,005	0,010
15. Массовая доля кадмия (Cd), %, не более	0,001	0,002	Не нормируется
16. Массовая доля веществ восстанавливающих $KMnO_4$ (O), %, не более	0,0016	0,0016	0,01

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Окись цинка относится к веществам 2-го класса опасности (ГОСТ 12.1.007—76). Предельно допустимая концентрация ее в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) 0,5 мг/м³. Определение окиси цинка в воздухе основано на образовании комплекса при взаимодействии иона цинка с гидрохло-

ридом диантипирилметилметана в присутствии роданида аммония.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы типа «Лепесток» или УК-8, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускать попадания препарата внутрь организма.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

1а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. В местах наибольшего пыления устанавливаются местные вытяжки. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу. Технологические процессы с применением окиси цинка должны быть герметизированы.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Определение массовых долей нитратов, сульфатов, фосфатов, калия, кальция, марганца и мышьяка изготовитель проводит периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

Допускается применение импортной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885 -73. Масса средней пробы должна быть не менее 200 г.

3.1а; 3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

3.2. Определение массовой доли окиси цинка

3.2.1. Определение проводят по ГОСТ 10398—76.

Для этого около 0,1000 г препарата помещают в колбу Кн-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336—82), прибавляют 10 $см^3$ буферного раствора 1 и перемешивают до растворения препарата. Затем прибавляют 75 $см^3$ воды, 0,4 $см^3$ раствора сульфарсазена или около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т, перемешивают и титруют из бюретки 0,05 М раствором ди-Na-ЭДТА

до перехода оранжево-розовой окраски раствора в лимонно-желтую (при применении раствора сульфарсазена) или фиолетовой окраски раствора в чисто синюю без фиолетового оттенка (при применении индикаторной смеси).

3.2.2. *Обработка результатов*

Массовую долю окиси цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}004069 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,004069 — масса окиси цинка, соответствующая 1 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точной 0,05 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, 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 ±0,4% при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

3.2.1; 3.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

3.3.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Стакан В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР10 или ПОР16 по ГОСТ 25336—82.

Термометр ТЛ-2 1-Б 2 по ГОСТ 215—73.

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3.2. *Проведение анализа*

20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют, нагревая в смеси, состоящей из 50 см³ воды и 50 см³ соляной кислоты. После растворения препарата прибавляют 150 см³ воды, стакан накрывают часовым стеклом, нагревают в течение 1 ч на водяной бане и фильтруют через фильтрующий тигель, высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания тигля в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 200 см³ воды, подогретой до 60—70°С, и сушат в сушильном шкафу при 105—110°С до постоянной массы.

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

для препарата химически чистый — 1 мг,

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30% при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3.4. Определение массовой доли нитратов

3.4.1. *Посуда, реактивы и растворы*

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

Колбы Кн-2—50—22 ТХС и Кн-2—750—50 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы 2—50—2 и 2—250—2 по ГОСТ 1770—74.

Цилиндры 1(3)—100, 1(3)—250 и 1—500 или мензурки 100, 250 и 500 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5, 6(7)—2—10 и 3(2)—2—20 или 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации c ($^1/_5$ $KMnO_4$) ≈0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., концентрированная и раствор с массовой долей 20%.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор с массовой долей 0,25%.

Раствор, содержащий NO_3; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,02 мг/см³ NO_3.

Индигокармин (индигодисульфанат натрия) с установленной массовой долей основного вещества, которую определяют следующим образом: 0,2500 г индигокармина помещают в колбу Кн-2—750—50, растворяют в 30 см³ воды, прибавляют 1 см³ концентрированной серной кислоты, перемешивают до полного растворения, прибавляют около 530 см³ воды и титруют из бюретки раствором марганцовокислого калия до перехода зеленой окраски раствора в темно-желтую.

Массовую долю индигокармина (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0{,}01165 \cdot 100}{m_1},$$

где V_1 — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,01165 — масса индигокармина, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m_1 — навеска индигокармина, г.

Раствор индигокармина готовят следующим образом: 0,230 г индигокармина (при массовой доле основного вещества менее 95% для массы навески вводят поправку $\frac{100}{X_1}$, где X_1 — найденная массовая доля индигокармина, %; в этом случае навеска индигокармина $m_2 = 0{,}23 \cdot \frac{100}{X_1}$ помещают в мерную колбу 2—250—2 и растворяют в смеси, состоящей из 200 см³ воды и 25 см³ концентрированной серной кислоты. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают. 20 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу 2—50—2, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.4.2. *Проведение анализа*

1,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—50—22 ТХС, предварительно тщательно вымытую концентрированной серной кислотой, прибавляют 10 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 20%, перемешивают до растворения препарата и охлаждают. Затем прибавляют 2 см³ раствора хлористого натрия, перемешивают, прибавляют 1 см³ раствора индигокармина, 10 см³ концентрированной серной кислоты и снова перемешивают. Через 10 мин осторожно прибавляют 20 см³ воды и снова перемешивают.

Все растворы и воду прибавляют пипетками.

Одновременно с анализируемыми растворами в таком же объеме таким же образом готовят растворы сравнения, содержащие: 0,005 мг, 0,010 мг, 0,020 мг NO_3, 10 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 20%, 2 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 10 см³ концентрированной серной кислоты.

Растворы сравнения должны иметь четкую градацию по интенсивности окраски.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска каждого из двух параллельно анализируемых растворов не будет слабее окраски раствора сравнения, содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,005 мг NO_3,
для препарата чистый для анализа — 0,005 мг NO_3,
для препарата чистый — 0,010 мг NO_3.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±50% при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74 фототурбидиметрическим методом.

Для этого 0,40 г препарата помещают в фарфоровую чашку (ГОСТ 9147—80), смачивают 1—2 см³ воды, прибавляют 0,1 см³ раствора бромной воды (готовят по ГОСТ 4517—87), 5 см³ раствора соляной кислоты, растворяют, нагревая на водяной бане, и выпаривают досуха. Остаток растворяют, нагревая в 15 см³ воды и 1 см³ раствора соляной кислоты. Раствор фильтруют через тщательно промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента». Фильтрат количественно переносят 10 см³ воды, порциями по 5 см³ в колбу Кн-2—50—18 ХС (ГОСТ 25336—82) и далее определение проводят по ГОСТ 10671.5—74, не прибавляя в анализируемые растворы раствор соляной кислоты.

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

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

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное для препарата х. ч. и ч. д. а. 0,002%, для ч. — 0,004%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа для препарата х. ч. и ч. д. а. ±0,0015%, для ч. — ±0,002% при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.4.2; 3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

3.6. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74 фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 15 см³ раствора азотной кислоты и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента». Затем прибавляют 10 см³ реактива на фосфаты, перемешивают и через 10 мин фотометрируют.

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг,
для препарата чистый для анализа — 0,01 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на содержание фосфатов в применяемом объеме раствора азотной кислоты, определяемую контрольным опытом.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ заканчивают фотометрически.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 25%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30% при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74 фототурбидиметрическим методом в объеме 25 см³, измеряя оптическую плотность при длине волны (400±10) нм.

Для этого 2,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—50—22 ТХС (ГОСТ 25336—82), растворяют в 15 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25%. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1% в мерную колбу 2—25—2 (ГОСТ 1770—74). К полученному раствору прибавляют 1 см³ раствора азотнокислого серебра, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, приготовленному одновременно с анализируемыми растворами и содержащему в таком же объеме 1 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25% и 1 см³ раствора азотнокислого серебра при длине волны (400±10) нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

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 — 0,08 мг.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на содержание хлоридов в применяемом объеме раствора азотной кислоты, определяемую контрольным опытом.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное для препарата х. ч. 25%, для ч. д. а. и ч. — 10% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата х. ч. ±20%, для ч. д. а. и ч. ±10% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Допускается определение визуально-нефелометрическим методом.

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

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75 сульфосалициловым методом.

Для этого 2,00 г препарата помещают в стакан В-1—100 ТХС (ГОСТ 25336—82) с меткой на 10 см³ и растворяют, нагревая, в 10 см³ раствора соляной кислоты и 20 см³ воды. Полученный раствор упаривают на электроплитке до метки, охлаждают, прибавляют 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты. Затем, перемешивая, прибавляют раствор аммиака (при охлаждении в холодной воде до полного растворения выпадающего осадка). Раствор количественно переносят в мерную колбу 2—50—2 (ГОСТ 1770—74), прибавляют 5 см³ раствора аммиака и далее определение проводят по ГОСТ 10555—75 фотометрически сульфосалициловым методом, не прибавляя в анализируемые растворы раствор аммиака.

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

для препарата химически чистый — 0,006 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг;

для препарата чистый — 0,02 мг.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на содержание железа в применяемом объеме соляной кислоты, определяемую контрольным опытом.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.9. Определение массовой доли калия, кальция и натрия

3.9.1. *Приборы, посуда, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов, обеспечивающих аналогичную чувствительность и точность.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Пропан-бутан (в баллонах) или газ из городской сети.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2(3)—2—10 или 6(7)—2—10, 4(5)—2—1, 4(5)—2—2 и 6(7)—2—5 (10) по ГОСТ 20292—74.

Чаша 100 по ГОСТ 19908—80.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или вода деминерализованная.

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

Растворы, содержащие калий, кальций и натрий; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ K, Ca и Na (раствор А) и раствор массовой концентрации 0,1 мг/дм³ K, Ca и Na (раствор Б).

Цинка окись по настоящему стандарту, х. ч., проверенная на содержание примесей калия, кальция и натрия методом добавок в условиях данной методики.

Все необходимые растворы, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

3.9.2. *Приготовление анализируемых растворов*

1,00 г препарата помещают в кварцевую чашу, растворяют в 10 см³ раствора соляной кислоты и упаривают почти досуха. Остаток растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают.

3.9.3. *Приготовление растворов сравнения*

Для приготовления каждого раствора сравнения 1,00 г окиси цинка помещают в кварцевую чашу, растворяют в 10 см³ раствора кислоты и упаривают почти досуха. Остаток растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу и добавляют указанные в табл. 2 объемы растворов А и Б.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора, см³		Масса каждого элемента (K, Ca и Na), введенного в 100 см³ раствора сравнения, мг	Массовая доля каждого элемента (K, Ca и Na) в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
	А	Б		
1	0	0	—	—
2	1	—	0,01	0,001
3	2	—	0,02	0,002
4	5	—	0,05	0,005
5	—	1	0,1	0,01
6	—	2	0,2	0,02
7	—	3	0,3	0,03

Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.9.4. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Анализ проводят в пропан-бутановом пламени при определении калия и натрия или в ацетиленовом пламени при определении кальция, сравнивая интенсивность излучения резонансных линий К—766,5 нм; Na—589,0—589,6 нм, Са—422,7 нм, возникающих в спектрах пламени газ — воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование воды, а также анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли примеси, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения, и вычисляют среднее арифметическое значение для каждого раствора сравнения.

После каждого измерения распыляют воду.

3.9.5. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю каждой примеси в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовые доли примесей калия, кальция и натрия находят по графику.

За результат анализа при определении массовой доли калия принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±15% при доверительной вероятности $P=0,95$.

За результат анализа при определении массовой доли натрия принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное для препарата х. ч. 30%, для препарата ч. д. а и ч. — 10%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата х.ч. —±25%, для ч.д.а. и ч. —±10% при доверительной вероятности $P=0,95$.

За результат анализа при определении массовой доли кальция принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное для препарата х. ч. и ч. д. а. 30%, для препарата ч. — 20%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результа-

та анализа для препарата х. ч. и ч. д. а. — ±30% для препарата ч. — ±15% при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.7.—3.9. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

3.10. Определение массовой доли марганца

3.10.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колбы Кн-2—1000—42 ТХС и Кн-2—50—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4(5)—2—1 и 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Пробирка П2-16—180 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Цилиндры 1—100 и 1—1000 по ГОСТ 1770—74.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Раствор, содержащий марганец; готовят по ГОСТ 4212—76.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Смесь кислот; готовят следующим образом: 100 см^3 азотной кислоты и 70 см^3 ортофосфорной кислоты сливают, перемешивая, в 830 см^3 воды, помещенной в колбу Кн-2—1000—42 ТХС. Смесь нагревают до кипения и осторожно кипятят в течение 10 мин для удаления окислов азота, затем раствор охлаждают.

3.10.2. *Проведение анализа*

1,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—50—22 ТХС и растворяют в 15 см^3 смеси кислот. Смесь кислот прибавляют пипеткой. К раствору прибавляют 1 г надсернокислого аммония, 0,2 см^3 раствора азотнокислого серебра и перемешивают. Раствор переносят в пробирку и нагревают в течение 10 мин в стакане с кипящей водой. Затем раствор охлаждают.

Одновременно с анализируемыми растворами в таком же объеме так же готовят растворы сравнения, содержащие в 15 см^3 смеси кислот:

0,000 мг; 0,002 мг; 0,005 мг Mn, 1 г надсернокислого аммония и 0,2 см^3 раствора азотнокислого серебра. Растворы должны иметь четкую градацию по интенсивности окраски.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если интенсивность окраски каждого из двух параллельно анализируемых растворов, наблюдаемая по оси пробирки на фоне молочного стекла, не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего 0,002 мг Mn.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±50% при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.10.1; 3.10.2. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

3.11. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75 визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде. Для этого 1,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, прибавляют 25 см³ раствора серной кислоты, 25 см³ воды, перемешивают до растворения препарата, затем прибавляют 0,5 см³ раствора 2-водного двухлористого олова, перемешивают, быстро прибавляют 5 г цинка, сразу же закрывают колбу прибора пробкой с насадкой, осторожно перемешивают вращательным движением и выдерживают в течение 1,5 ч.

Одновременно с анализируемыми растворами таким же образом в таком же объеме готовят растворы сравнения, содержащие для препарата химически чистый и чистый для анализа 0,0003 мг, 0,0005 мг, 0,0010 мг As, для препарата чистый 0,001 мг, 0,002 мг, 0,003 мг As, 25 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора 2-водного двухлористого олова и 5 г цинка. Бромнортутные бумаги, окрашенные растворами сравнения, должны иметь четкую градацию по интенсивности окраски.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромнортутной бумаги от каждого из двух параллельно анализируемых растворов не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги от раствора сравнения, содержащего для препарата химически чистый и чистый для анализа — 0,0005 мг As, для препарата чистый — 0,002 мг As.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата х. ч. и ч. д. а. — ±50%, для препарата ч. — ±25%.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.12. Определение массовой доли меди, свинца и кадмия проводят по ГОСТ 21979—76.

Для этого 10,00 г препарата растворяют в кварцевой чаше, нагревая в 15 см³ раствора (1 : 1) соляной кислоты, прибавляют 5 см³ концентрированной соляной кислоты, выпаривают на кипящей водяной бане почти досуха. Остаток обрабатывают 3—5 см³ воды и выпаривают почти досуха. Обработку водой и выпаривание повторяют. Остаток количественно переносят раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ в мерную колбу 1—25—2, доводят объем раствора раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

При проведении анализа в полярографическую ячейку вносят 10 см³ полученного раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.12.1.—3.12.3. **(Исключены, Изм. № 4).**

3.13. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих $KMnO_4$ (О)

3.13.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1—2—2—0,01 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2--250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., раствор с массовой долей 20%.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.13.2. *Проведение анализа*

10,00 г препарата помещают в колбу и растворяют при нагревании в 125 см^3 раствора серной кислоты. К горячему раствору прибавляют из бюретки раствор марганцовокислого калия:

для препарата химически чистый — 0,2 см^3;

для препарата чистый для анализа — 0,2 см^3;

для препарата чистый — 1,2 см^3;

после этого раствор перемешивают.

1 см^3 раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм^3 соответствует 0,0008 г кислорода.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если розовая окраска раствора сохранится в течение 3 мин.

При необходимости в результат анализа вносят поправку, определяемую контрольным опытом.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1, 11—1, 11—6.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

Продукт, применяемый в качестве технологического сырья, по согласованию с потребителями допускается расфасовывать в мягкие специализированные контейнеры разового использования для сыпучих продуктов (масса нетто единицы упаковки до 600 кг).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

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

4.3. **(Исключен, Изм. № 4).**

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

(Измененная редакция, Изм. № 4).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие окиси цинка требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Грязнов Г. В., Бруздь В. Г., Ротенберг И. Л., Смородинская В. Н., Кидиярова Л. В., Лесина К. П., Бурченкова Т. Г.

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 февраля 1973 г. № 504

3. ВЗАМЕН ГОСТ 10262—62

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	1а.1
ГОСТ 215—73	3.3.1
ГОСТ 1277—75	3.10.1
ГОСТ 1770—74	3.3.1, 3.4.1, 3.7, 3.8, 3.9.1, 3.10.1, 3.13.1
ГОСТ 3118—77	3.3.1, 3.9.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4204—77	3.4.1 3.13.1
ГОСТ 4212—76	3.4.1, 3.9.1, 3.10.1
ГОСТ 4233—77	3.4.1
ГОСТ 4461—77	3.10.1
ГОСТ 5072—79	3.4.1, 3.10.1, 3.13.1
ГОСТ 5457—75	3.9.1
ГОСТ 6552—80	3.10.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.4.1, 3.9.1, 3.10.1
ГОСТ 9147—80	3.5
ГОСТ 10398—76	3.2.1
ГОСТ 10485—75	3.11
ГОСТ 10555—75	3.8
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 10671.6—74	3.6
ГОСТ 10671.7—74	3.7
ГОСТ 19908—80	3.9.1
ГОСТ 20292—74	3.4.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.13.1
ГОСТ 20478—75	3.10.1
ГОСТ 20490—75	3.4.1, 3.13.1
ГОСТ 21979—76	3.12
ГОСТ 24104—88	3.1а
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.4.1. 3.5. 3.7, 3.8, 3.10.1, 3.13.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

5 Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 24.06.88 № 2286

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1989 г.) с Изменениями № 2, 3, 4, утвержденными в сентябре 1976 г., марте 1983 г., июне 1988 г. (ИУС 10—76, 7—83, 10—88).

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *С. И. Ковалева*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 22.02.89 Подп. в печ. 05.05.89 1,25 усл. п. л. 1,25 усл кр.-отт. 1,07 уч.-изд. л. Тир. 13 000 Цена 5 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39. Зак. 579.