ГОСТ 13583.9—93
(ИСО 2071—76)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЦИНКА

Издание официальное

БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Кыргызстан	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 13583.9—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1995 г.

4 ВВЕДЕН ВЗАМЕН ГОСТ 13583.9—75

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

УДК 669.712:546.47—31.06(083.74) Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Методы определения оксида цинка

Alumina. Methods for the determination of zinc oxide

ГОСТ 13583.9—93 (ИСО 2071—76)

ОКСТУ 1711

Дата введения 1995—01—01

Настоящий стандарт распространяется на глинозем и устанавливает методы определения оксида цинка:

полярографический — при массовой доле оксида цинка от 0,001 до 0,04 %;

атомно-абсорбционный — при массовой доле оксида цинка от 0,002 до 0,04 %;

а также пламенный атомно абсорбционный метод определения цинка по международному стандарту ИСО 2071 (см. приложение 1);

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25542.0—93.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на щелочном разложении пробы, образовании роданистого комплекса цинка в слабокислой среде, экстракции комплекса диэтиловым эфиром и полярографировании цинка в хлоридно-аммиачном растворе в интервале потенциалов от минус 0,9 до минус 1,4 В по отношению к ртутному аноду.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока.

Посуда из стекла или пластмассы, не содержащих цинка.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 1:1 и 0,5 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Издание официальное

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 60 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернисто-кислый по ГОСТ 195.

Раствор-фон: 50,0 г хлористого аммония и 25,0 г сернисто-кислого натрия растворяют в 200 см³ воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 200 см³ аммиака, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытом сосуде.

Этиловый эфир.

Цинк металлический по ГОСТ 3640.

Цинка оксид по ГОСТ 10262.

Стандартные растворы цинка:

Раствор А: 0,0803 г цинка или 0,1000 г предварительно прокаленного при температуре 1000 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе оксида цинка растворяют в стакане вместимостью 100 см³ в 5 см³ раствора соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г оксида цинка.

Раствор Б: 25,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед использованием.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г оксида цинка.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Аликвотную часть серно-кислого раствора пробы, приготовленного разложением пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, объемом 25,0 см³ помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, 15 см³ воды, 5 см³ раствора роданистого аммония, 15 см³ этилового эфира и встряхивают 1 мин. После расслоения фаз водную фазу сливают в другую делительную воронку, добавляют 15 см³ этилового эфира и экстракцию повторяют. После расслоения фаз водную фазу сливают и отбрасывают. Эфирный слой переносят в первую делительную воронку.

2.2.2. Объединенный экстракт два-три раза промывают раствором серной кислоты 0,5 моль/дм³, добавляя ее по 5 см³. Затем эфирный слой сливают в стакан вместимостью 50 см³ и выпаривают на водяной бане досуха. К охлажденному остатку по каплям добавляют 1 см³ азотной кислоты. После прекращения бурной реакции добавляют 2 см³ раствора серной кислоты 1:1 и выпаривают раствор досуха на песчаной бане. Если во время выпа-

ривания раствор приобретает темно-коричневый цвет, то осторожно, по каплям, добавляют азотную кислоту до обесцвечивания раствора. Стакан с сухим остатком охлаждают, стенки стакана ополаскивают небольшим количеством воды и раствор снова выпаривают досуха. Охлажденный остаток растворяют в 5,0 см³ раствора-фона, переносят в полярографическую ячейку и полярографируют раствор в интервале потенциалов от минус 0,9 до минус 1,4 В по отношению к ртутному аноду ($E^{1}/_{2}$ Zn = —1,05 В).

2.2.3. При применении прибора ППТ-1 устанавливают следующий режим работы: начальное напряжение 0,9 В, форма переменного напряжения трапецеидальная, скорость развертки 2 мВ/с, амплитуда переменного напряжения 4—8 мВ, диапазон тока 10×100 (или соответственно концентрации), задержка 3 с (устанавливают в зависимости от времени каплепадения для данного капилляра), таст-режим регистрации тока, электроды: рабочий — ртутно-капающий, вспомогательный — донная ртуть, электролизер объемом 5 см³.

2.2.4. Аликвотную часть серно-кислого раствора контрольного опыта, приготовленного разложением пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, объемом 25,0 см³ помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ раствора серной кислоты 0,5 моль/дм³, 15 см³ воды, 5 см³ раствора роданистого аммония, 15 см³ этилового эфира и проводят анализ, как указано выше.

Массовую долю оксида цинка в пробе определяют по градуировочному графику, вычитая результат контрольного опыта.

2.2.5. *Построение градуировочного графика*

В девять делительных воронок вместимостью 250 см³ каждая приливают из микробюретки 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 см³ стандартного раствора Б и 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,001; 0,002; 0,004; 0,006; 0,01; 0,02; 0,03 и 0,04 % оксида цинка.

Затем во все воронки добавляют по 38 см³ раствора серной кислоты 0,5 моль/дм³, 22 см³ воды, 5 см³ раствора роданистого аммония, 15 см³ этилового эфира и далее поступают согласно пп. 2.2.1—2.2.4.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартный раствор цинка.

По полученным значениям высот пиков и известным массовым долям оксида цинка строят градуировочный график.

2.2.6. Определение массовой доли оксида цинка можно выполнять методом добавок. Анализ пробы проводят согласно пп. 2.2.1—2.2.4. Затем аликвотную часть серно-кислого раствора

контрольного опыта, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, объемом 25,0 см³ помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, 15 см³ воды и 2,5 см³ стандартного раствора Б (что соответствует 0,005 % оксида цинка при навеске пробы 0,5 г). Затем добавляют 5 см³ раствора роданистого аммония, 15 см³ этилового эфира и далее поступают согласно пп. 2.2.1—2.2.5.

Одновременно проводят анализ раствора контрольного опыта без добавления стандартного раствора цинка. Массовую долю оксида цинка вычисляют согласно п. 2.3.2.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю оксида цинка (X) в процентах при проведении анализа по пп. 2.2.1—2.2.5 определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Массовую долю оксида цинка (X) в процентах при проведении анализа по п. 2.2.6 вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot h_1}{h},$$

где c — массовая доля оксида цинка в растворе контрольного опыта с добавкой стандартного раствора цинка в процентном отношении на 0,5 г навески (0,005 %);

h — высота пика, полученная при полярографировании раствора контрольного опыта с добавкой стандартного раствора цинка за вычетом высоты пика контрольного опыта, мм;

h_1 — высота пика, полученная при полярографировании раствора пробы, за вычетом высоты пика контрольного опыта, мм.

2.3.3. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида цинка, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	$d_{ск}$	$d_{вс}$
От 0,001 до 0,005 включ.	0,001	0,002
Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,040 »	0,003	0,005

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на кислотном или щелочном разложении пробы и измерении атомной абсорбции цинка в пламени ацетилен — воздух при длине волны 213,9 нм.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями и источником излучения для цинка.

Посуда из стекла или пластмассы, не содержащих цинка, для проведения анализа, а также хранения реактивов и растворов.

Ацетилен технический по ГОСТ 5457.

Вода, дважды дистиллированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 моль/дм^3.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка. Стружку очищают ацетоном, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С 3—4 мин и охлаждают в эксикаторе.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор с массовой долей 0,2 %.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Раствор алюминия 26,5 г/дм^3: 26,50 г алюминия помещают в стакан вместимостью 1000 см^3 и небольшими порциями добавляют 600 см^3 раствора соляной кислоты, затем 1 см^3 раствора хлористого никеля или каплю ртути. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до полного растворения стружки, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Цинк металлический по ГОСТ 3640.

Цинка оксид по ГОСТ 10262.

Стандартные растворы цинка

Раствор А: 0,0803 г цинка или 0,1000 г предварительно прокаленного при температуре 1000 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе оксида цинка растворяют в стакане вместимостью 100 см^3 в 5 см^3 раствора соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г оксида цинка.

Раствор Б: 20,0 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00002 г оксида цинка.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Аликвотную часть азотно-кислого раствора пробы, приготовленного по ГОСТ Р 50332.1, объемом 25 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят по ГОСТ Р 50332.1, добавляя в мерную колбу 20 см³ раствора алюминия при кислотном разложении пробы и 100 см³ раствора алюминия при щелочном разложении пробы сплавлением. Аликвотную часть раствора контрольного опыта объемом 25 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта в пламени ацетилен—воздух при длине волны 213,9 нм.

Вычисляют разность атомных абсорбций растворов пробы и контрольного опыта. Массу оксида цинка находят по градуировочному графику.

3.2.2. Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 50 см³ каждая отбирают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 7,5 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,0001; 0,00015; 0,0002 г оксида цинка. Во все колбы добавляют по 10 см³ раствора алюминия. При щелочном сплавлении во все колбы добавляют также по 1,2 г углекислого натрия, 0,4 г борной кислоты и 5 см³ раствора азотной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в пламени ацетилен — воздух при длине волны 213,9 нм непосредственно до и после измерения атомной абсорбции цинка в растворе пробы.

Вычисляют разности атомных абсорбций растворов и раствора, не содержащего стандартный раствор цинка. По полученным значениям и соответствующим им массам оксида цинка строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю оксида цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где m_1 — масса оксида цинка, найденная по градуировочному графику, г;

V_1 — объем основного раствора, см³;

m — масса навески глинозема, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³.

3.3.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида цинка, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	$d_{сх}$	$d_{ас}$
От 0,002 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,040 »	0,003	0,005

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА ПЛАМЕННЫМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ (ИСО 2071—76)

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает пламенный атомно-абсорбционный метод определения цинка в глиноземе, преимущественно используемом для производства алюминия. Метод применяется к продуктам, массовая доля цинка в которых в пересчете на оксид цинка равна или более 0,002 %.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 25389 Глинозем. Методы подготовки проб.
ГОСТ Р 50332.1 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления раствора.
ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Испытуемый образец растворяют в соляной кислоте под давлением.
Раствор распыляют в воздушно-ацетиленовом пламени и определяют содержание цинка спектрофотометрически, измеряя его абсорбцию при линии длиной волны 213,8 нм, испускаемой цинковой лампой с полым катодом.
Испытуемый образец можно растворять также при щелочном сплавлении (см. приложение А).

4. РЕАКТИВЫ

При проведении анализа используют только аналитически чистые реактивы и воду, дважды перегнанную в приборе из боросиликатного стекла с притертыми шлифами, или эквивалентной чистоты. Не следует использовать стекло, содержащее свинец.

4.1. Глинозем, степень чистоты которого более 99,95 % содержащий менее 0,001 % (по массе) оксида цинка.

4.2. Соляная кислота, $\rho \approx 1{,}19$ г/см³, 38 %-ный (по массе) раствор.

4.3. Алюминий, кислый раствор (основной)

11 г очень чистых алюминиевых стружек (степень чистоты 99,999 %), полученных при сверлении или размалывании, протравливают в небольшом количестве азотной кислоты ($\rho \approx 1{,}40$ г/см³, приблизительно 68 %-ный по массе раствор). Протравленные стружки промывают водой, а затем высушивают ацетоном.

Взвешивают с погрешностью не более 0,001 г 10,558 г высушенных стружек, помещают их в химический стакан соответствующей вместимости (например 500 см³) и добавляют 144 см³ раствора соляной кислоты (п 4.2). Добавляют 1 каплю очень чистой ртути, что ускоряет растворение. По окончании реакции стакан ставят на песчаную баню и нагревают до полного растворения алюминия. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают

4.4. Стандартный раствор цинка, содержащий 0,100 г оксида цинка на 1 дм³ раствора

Взвешивают 0,100 г оксида цинка с погрешностью не более 0,0001 г, предварительно прокаленного в течение 1 ч при температуре 1000 °С и охлажденного в эксикаторе. Помещают в химический стакан соответствующей вместимости (например 100 см³) и растворяют в 5,5 см³ раствора соляной кислоты (п. 4.2). Раствор доливают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Доливают до метки и перемешивают.

1 см³ этого стандартного раствора содержит 0,100 мг оксида цинка.

4.5. Стандартный раствор цинка, содержащий 0,020 г оксида цинка на 1 дм³ раствора

100,0 см³ стандартного раствора цинка (п. 4.4) переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,020 мг оксида цинка.

5. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная в пп. 5.1—5.4.

5.1. Аппаратура, используемая для разложения пробы.

5.2. Бюретка, градуированная через 0,05 см³.

5.3. Атомно-абсорбционный спектрофотометр с соответствующей горелкой, работающей от цилиндров с ацетиленом и сжатого воздуха.

5.4. Цинковая лампа с полым катодом

Примечание. Все стеклянные изделия должны быть изготовлены из боросиликатного стекла или стекла, не выделяющего цинка, или из пластика. Не следует использовать резиновые пробки; применяют исключительно притертые стеклянные или пластмассовые пробки.

6. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

6.1. Испытуемые образцы

Взвешивают с погрешностью не более 0,001 г 2 г испытуемого образца, высушенного при температуре 300 °С по ГОСТ Р 50158.

6.2. Построение градуировочного графика

6.2.1. *Приготовление стандартных растворов сравнения*

В каждую из шести мерных колб вместимостью 100 см³ с помощью бюретки (п. 5.2) наливают 50 см³ кислого раствора алюминия (п. 4.3) вслед за объемами стандартного раствора цинка (п. 4.5), указанными в таблице.

Стандартный раствор цинка (п. 4.5), см³	Соответствующая масса оксида цинка, мг	Стандартный раствор цинка (п. 4.5), см³	Соответствующая масса оксида цинка, мг
0*	0	15,0	0,30
5,0	0,10	20,0	0,40
10,0	0,20	25,0	0,50

* Контрольное испытание на реактивах, использованных при построении градуировочного графика.

Доливают до метки и перемешивают.

6.2.2. *Фотометрические измерения*

6.2.2.1. *Регулировка прибора, снабженного цинковой лампой с полым катодом (п. 5.4)*

К прибору (п. 5.3) заранее подключают ток, чтобы обеспечить стабилизацию. Длину волны устанавливают около 213,8 нм, в зависимости от характеристик прибора регулируют чувствительность и размер щели

Давление воздуха и ацетилена устанавливают, исходя из характеристик горелки таким образом, чтобы получить окислительное пламя.

6.2.2.2. *Фотометрические измерения*

Стандартные растворы (п. 6.2.1) сравнения распыляют в пламени, измеряя для каждого абсорбцию. При измерении абсорбции для построения градуировочного графика скорость распыления должна быть постоянной.

После каждого измерения через горелку разбрызгивают воду.

6.2.3. *Построение градуировочного графика*

График строят, нанося на ось абсцисс массу оксида цинка в миллиграммах, содержащегося в 100 см³ каждого стандартного раствора сравнения, по оси ординат откладывают соответствующие значения абсорбции, уменьшенные на ее значения для раствора, обозначенного выражением 0 в таблице стандартных растворов сравнения (контрольное испытание на реактивах, использованных при построении градуировочного графика).

6.3 Определение

6.3.1. *Приготовление испытуемого раствора*

Испытуемый раствор готовят по ГОСТ Р 50332.1, помещая его и реактивы в мерные колбы вместимостью по 100 см³. Доливают до метки и перемешивают.

6.3.2. *Контрольное испытание*

Контрольное испытание проводят одновременно с определением в той же последовательности и с тем же количеством всех реактивов, что и при определении, заменяя испытуемый образец 2 г глинозема (п. 4.1), взвешенного с погрешностью до 0,001 г.

6.3.3. *Фотометрические измерения*

Проводят измерения испытуемого раствора (п. 6.3.1), контрольного раствора (п. 6.3.2) и стандартных растворов сравнения (п. 6.2.1), следуя методике, описанной в п. 6.2.2.2. При измерении испытуемого и контрольного растворов соответственно следует брать два стандартных раствора сравнения с содержанием оксида цинка, максимально близким к определяемому.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По градуировочному графику (п. 6.2.3) определяют массу оксида цинка, соответствующую значениям фотометрических измерений испытуемого раствора и контрольного раствора.

Массовую долю цинка в процентах по массе окиси цинка (ZnO) вычисляют по формуле

$$ZnO = \frac{(m_0 - m_1) \cdot 50}{1000},$$

где m_0 — масса оксида цинка, найденная в испытуемом растворе, мг;

m_1 — масса оксида цинка, обнаруженная в контрольном растворе, мг.

Результат округляют до третьего десятичного знака.

8. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

Протокол анализа должен содержать следующие данные:
идентификацию исследуемого материала;
ссылку на применяемый метод;
результаты анализа и метод их выражения;
особенности, отмеченные в процессе анализа;
операции, не предусмотренные настоящим международным стандартом или считающиеся необязательными.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

РАСТВОРЕНИЕ ИСПЫТУЕМОГО ОБРАЗЦА МЕТОДОМ ЩЕЛОЧНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

При растворении испытуемого образца щелочным сплавлением должны быть внесены изменения.

1 РЕАКТИВЫ (см. приложение 1)

Реактив, указанный в п. 4.2, не используют.
Углекислый натрий безводный.
Борная кислота (H_3BO_3).
Соляная кислота 8 моль/дм³ раствор: 670 см³ раствора соляной кислоты ($\rho \approx 1{,}19$ г/см³) и 38 %-ный раствор (по массе) доливают водой до 1000 см³ и перемешивают.

2. АППАРАТУРА

2.5.1. Аппаратура — по ГОСТ Р 50332.1.

3. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Опустить пп. 6.1, 6.3.1 и 6.3.2 и заменить их соответственно на:
3.1. Испытуемый образец
Взвешивают с погрешностью до 0,001 г 5 г испытуемой пробы, высушенной при температуре 300 °С (см. ГОСТ 25389).
3.2. Построение градуировочного графика (см. приложение).
3.3. Определение
3.3.1. *Приготовление испытуемого раствора*
Испытуемый раствор готовят по ГОСТ Р 50332.1, восстанавливая расплавленную массу 90 см³ соляной кислоты (п. 4.8) и доводя окончательный объем основного раствора до 250 см³.
3.3.2. *Контрольное испытание*
Контрольное испытание выполняют одновременно с определением в присутствии очень чистого глинозема согласно методу, описанному в ГОСТ Р 50332.1.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	3.1	ГОСТ 5457—75	3.1
ГОСТ 195—77	2.1	ГОСТ 9656—75	3.1
ГОСТ 2603—79	3.1	ГОСТ 10262—73	2.1, 3.1
ГОСТ 3118—77	2.1; 3.1	ГОСТ 11069—74	3.1
ГОСТ 3640—79	2.1; 3.1	ГОСТ 25542.0—93	1
ГОСТ 3760—79	2.1	ГОСТ 27067—86	2.1
ГОСТ 3773—72	2.1	ГОСТ Р 50332.1—92	2.2.1, 2.2.4, 2.2.6, 3.2.1; приложение
ГОСТ 4038—79	3.1		
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 25389—93	Приложение
ГОСТ 4461—77	2.1; 3.1	ГОСТ 27798—93	Приложение
ГОСТ 4658—73	3.1		

Изменение № 1 ГОСТ 13583.9—93 Глинозем. Методы определения оксида цинка

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 17 от 22.06.2000)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3564

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	ГосстандартРеспублики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Метод основан на щелочном разложении пробы, экстракции полученного роданидного комплекса цинка из сернокислого раствора диэтиловым эфиром и полярографировании цинка в хлоридно-аммиачном растворе в интервале потенциалов от минус 0,9 до минус 1,4 В по отношению к ртутному аноду».

Пункт 2.1. Второй абзац дополнить словами: «для проведения анализа, а также хранения реактивов и растворов»;

десятый абзац дополнить словами: «не более 5 дней».

Пункт 2.2.2. Заменить значение: 2 $см^3$ на 1 $см^3$.

Пункт 2.3.3. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Массовая доля оксида марганца, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	$d_{ск}$	$d_{вс}$
От 0,001 до 0,002 включ.	0,001	0,002
Св. 0,002 » 0,005 »	0,0015	0,002
» 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,040 »	0,003	0,005

Пункт 3.2.1 Первый абзац изложить в новой редакции:

«Аликвотную часть раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы кислотами под давлением или разложением пробы сплавлением по ГОСТ 23201.3 (в случае разложения пробы сплавлением используют азотнокислый раствор), объемом 25 $см^3$ помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают»;

второй абзац после слов «добавляя в мерную колбу» дополнить словами: «вместимостью 250 $см^3$»; заменить слово: «и» на «или».

Пункт 3.3.2. Таблицу 2 изложить в новой редакции:

Таблица 2

Массовая доля оксида цинка, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	$d_{ск}$	$d_{вс}$
От 0,002 до 0,005 включ.	0,002	0,003
Св. 0,005 » 0,010 »	0,0025	0,004
» 0,010 » 0,040 »	0,003	0,005

(ИУС № 12 2000 г.)

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Н. Л. Шнайдер*

Сдано в набор 09.06.95. Подп. в печать 07.08.95. Усл. печ. л. 0,93. Усл. кр.-отт. 0,93. Уч.-изд. л. 0,80. Тир. 402 экз. С 2722.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1418
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru