УДК 669.4 : 546.47.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ

Метод определения цинка

Lead.
Method for the determination of zinc

ОКСТУ 1725

ГОСТ 20580.3—80*

(СТ СЭВ 908—78)

Взамен
ГОСТ 20580.3—75

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1980 г. № 1976 срок действия установлен
с 01.12.80

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.83 № 6396 срок действия продлен
до 01.12.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения цинка от 0,0005 до 0,1% в свинце (99,992—99,5%).

Метод основан на растворении свинца в азотной кислоте, осаждении его в виде сульфата и полярографировании цинка в аммиачной среде в пределах потенциалов от минус 1,0 до минус 1,8 В относительно насыщенного каломельного электрода.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 908—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20580.0—80.

1.2. Правильность получаемых результатов анализа контролируется одновременным определением массовых долей цинка в соответствующем СО свинца № 1595—79 — 1598—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф осциллографический ПО-5122, ППТ-1 или полярограф аналогичного типа.

Колбы кварцевые вместимостью 250 см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 48.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

* *Переиздание декабрь 1984 г. с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 4—84).*

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Конго красный по ГОСТ 5552—74.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ГОСТ 429—76, насыщенный раствор.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 1%-ный раствор, свежеприготовленный.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Стандартные растворы цинка.

Раствор А: 1 г цинка растворяют при нагревании в 50 см³ соляной кислоты (1 : 1), приливают 25 см³ воды, перемешивают, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг цинка.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 500 см³ переносят 50 см³ раствора А, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг цинка.

Растворы с известным содержанием цинка: в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ отбирают пипетками или микробюреткой 0,6; 1,0; 2,0; 10,0; 20,0 и 30,0 см³ раствора Б, приливают по 10 см³ серной кислоты (1 : 1). Нейтрализуют растворы водным аммиаком по конго красному и добавляют избыток 10 см³. Растворы охлаждают, приливают по 10 см³ насыщенного раствора сульфита натрия, по 2 см³ желатина, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Растворы с известным содержанием содержат 0,6; 1,0; 2,0; 10,0; 20,0 и 30,0 мг цинка в 1 дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску свинца массой 10 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 70—80 см³ азотной кислоты (1 : 3). Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, затем доливают до метки водой и тщательно перемешивают. В зависимости от содержания цинка в колбу вместимостью 250 см³ отбирают аликвотную часть раствора, при массовой доле цинка от 0,0005 до 0,001% —100 см³, от 0,001 до 0,01% — 50 см³, свыше 0,01%—10 см³.

Аликвотную часть раствора разбавляют водой до 100 см³, нагревают до 60—70°С и приливают по каплям 5 см³ раствора серной кислоты (1 : 1). Раствор с осадком сульфата свинца нагревают до кипения и охлаждают в проточной воде. Осадок отфильтровывают на плотный фильтр «синяя лента», промывают колбу и фильтр раствором серной кислоты (1 : 48).

Фильтрат и промывные воды выпаривают до объема 2—3 см³. Обмывают стенки колбы водой и снова выпаривают до появления паров серного ангидрида.

Остаток охлаждают, приливают 5—7 см³ воды, нейтрализуют аммиаком по конго красному, добавляют 2,5 см³ аммиака в избыток, охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³. Затем приливают 2,5 см³ насыщенного раствора сульфита натрия, 0,5 см³ раствора желатина, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Раствор свинца заливают в электролизер и проводят полярографирование цинка в пределах потенциалов от минус 1,0 до минус 1,8 В (по отношению к насыщенному каломельному электроду), скорости капания ртути 5—6 с, задержке 4—5 с, скорости напряжения 0,25—0,5 В/с по схеме прибора «дифференциальная 1—3», на приборе ПО-5122. Полярографирование цинка с применением других приборов проводят при оптимальном режиме работы.

Одновременно с раствором свинца проводят полярографирование стандартных и контрольных растворов. Для расчета результатов анализа используют стандартные растворы, близкие по высоте волны к испытуемым. Допускается применение метода добавок.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{h \cdot a \cdot V}{H \cdot m \cdot 1000} \cdot 100,$$

где h — высота волны раствора анализируемой пробы, мм;

a — концентрация цинка в растворе с известным содержанием;

V — объем раствора анализируемой пробы, см³;

H — высота волны раствора с известным содержанием;

m — масса навески пробы в аликвотной части, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,001	0,0001
Св. 0,001 » 0,002	0,0003
» 0,002 » 0,005	0,0006
» 0,005 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,04	0,002
» 0,04 » 0,1	0,003

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Изменение № 2 ГОСТ 20580.3—80 Свинец. Метод определения цинка

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.07.90 № 2203

Дата введения 01.01.91

Под наименованием стандарта заменить код: ОКСТУ 1725 на ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1 после слова «анализа» дополнить словами: «и требования безопасности».

Пункт 1.2 исключить.

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Полярограф осциллографический или полярограф переменного тока любого типа»;

второй абзац дополнить словами: «по ГОСТ 19908—80»;

девятый абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3».

Раствор А. Заменить значение: 1 г на 1,000 г;

предпоследний абзац. Заменить слова: «Растворы с известным содержанием цинка» на «Градуировочные растворы»; «по 2 см^3 желатина» на «по 2 см^3 желатина в случае полярографирования на осциллографическом полярографе»;

последний абзац. Заменить слова: «Растворы с известным содержанием» на «Градуировочные растворы»;

дополнить абзацем: «Срок годности градуировочных растворов — 7 дней»;

заменить ссылку: ГОСТ 429—76 на ТУ 6—09—5313—87; исключить ссылку: ГОСТ 5552—74.

Раздел 3. Первый абзац. Заменить значение и слова: 10 г на 10,00 г, «окислов азота» на «оксидов азота»;

четвертый абзац. Заменить слова: «0,5 см^3 раствора желатина» на «0,5 см^3 раствора желатина в случае полярографирования на осциллографическом полярографе»;

шестой абзац. Заменить слова: «стандартных» на «градуировочных», «стандартные растворы» на «градуировочные растворы».

Пункт 4.1. Экспликация. Заменить слова: «в растворе с известным содержанием» на «в градуировочном растворе, мг/дм^3»; «раствора с известным содержанием» на «градуировочного раствора, мм».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: 4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля цинка, %	Допускаемые расхождения параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0003	0,0004
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0006	0,0007

Массовая доля цинка, %	Допускаемые расхождения параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
Св. 0,0050 до 0,0100 включ.	0,0010	0,0013
» 0,010 » 0,040 »	0,002	0,003
» 0,040 » 0,100 »	0,003	0,004

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 11 1990 г.)