ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ЦИНК ГРАНУЛИРОВАННЫЙ

ГОСТ 989—75

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.47—41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

ЦИНК ГРАНУЛИРОВАННЫЙ

Reagents.
Zinc granular

ГОСТ 989—75

Взамен
ГОСТ 989—62

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 июля 1975 г. № 1961 срок действия установлен

с 01.07 1976 г.
до 01.07 1986 г.

Проверен в 1980 г. Срок действия продлен

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на гранулированный цинк, представляющий собой гранулы серебристого цвета, массой около 2 г каждая; растворим в кислотах и горячих растворах щелочей.

Гранулированный цинк не токсичен, не взрывоопасен и не пожароопасен.

Формула Zn.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 65,37.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 2737—70 в части квалификаций химически чистый и чистый для анализа.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. По химическим показателям гранулированный цинк должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Химически чистый (х. ч.)	Чистый для анализа (ч. д. а.)
1. Нерастворимые в соляной кислоте вещества, %, не более	0,04	0,04
2. Мышьяк (As), %, не более	0,000001	0,000005

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Сентябрь 1980 г.

© Издательство стандартов, 1981

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма	
	Химически чистый (х. ч.)	Чистый для анализа (ч. д. а.)
3. Испытание на пригодность для определения мышьяка	Должен выдерживать испытание по п. 3.3	
4. Фосфор (P), %, не более	0,0005	0,0005
5. Сера сульфидная (S), %, не более	0,0001	0,0001
6. Железо (Fe), %, не более	0,002	0,004
7. Свинец (Pb), %, не более	0,003	0,005

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

3.2. Определение содержания нерастворимых в соляной кислоте веществ

3.2.1. *Применяемые реактивы, растворы и посуда:*

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 25%-ный и 2 н. растворы;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта;

тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

3.2.2. *Проведение анализа*

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 300—400 мл и растворяют в 80 мл 25%-ного раствора соляной кислоты. Раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают сначала пять раз 2 н. раствором соляной кислоты, затем три раза этиловым спиртом 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 2 мг.

3.3. Определение содержания мышьяка и испытание на пригодность для определения мышьяка проводят по ГОСТ 10485—75 арсиновым методом, прибавляя 100 мл 25%-ного раствора соляной кислоты (вместо 10 мл)

и 15 г препарата, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г (вместо 5 г цинка).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта по содержанию мышьяка, если окраска бромнортутной бумажки от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумажки от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,0001 мг As,

для препарата чистый для анализа — 0,0005 мг As,

5 г препарата, 0,5 мл раствора двухлористого олова и 100 мл 25%-ного раствора соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям стандарта на пригодность для определения мышьяка, если окраски бромнортутных бумажек от растворов сравнения заметно отличаются между собой, а окраска бумажки от раствора, содержащего 0,0001 мг As, отличается от окрасок бромнортутной бумажки от контрольного раствора, не содержащего As.

3.4. Определение содержания фосфора

3.4.1. *Применяемые реактивы, растворы и приборы:*

аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76, 0,1%-ный раствор;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., 25%-ный раствор;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,1 н. раствор;

реактив на фосфаты; готовят следующим образом: 0,3 г метаванадиевокислого аммония помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл и растворяют в 220 мл воды, затем прибавляют 280 мл раствора азотной кислоты, 12,5 г молибденовокислого аммония и перемешивают до получения прозрачного раствора;

раствор, содержащий Р; готовят по ГОСТ 4212—76;

фотоэлектроколориметр любого типа.

3.4.2. *Построение градуировочного графика*

Готовят растворы сравнением. Для этого в пять мерных колб вместимостью 25 мл каждая помещают растворы, содержащие в 10 мл воды соответственно 0,005; 0,01; 0,015; 0,02 и 0,03 мг фосфора.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий фосфора.

Затем во все колбы прибавляют по 10 мл реактива на фосфаты, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов, пользуясь синим светофильтром (длина волны 400—413 нм), в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм, используя в качестве раствора сравнения контрольный раствор. По

полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс введенные количества фосфора в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им оптические плотности.

3.4.3. *Проведение анализа*

1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 50 мл (с меткой на 15 мл), прибавляют 10 мл 25%-ного раствора азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют сначала на холоду (до прекращения бурного выделения окислов азота), а затем при нагревании.

После растворения цинка объем раствора доводят водой до метки, нагревают до кипения и прибавляют к кипящему раствору по каплям раствор марганцовокислого калия до появления неисчезающей розовой окраски (0,3—0,4 мл). Раствор охлаждают и приливают по каплям раствор перекиси водорода, тщательно перемешивая после прибавления каждой капли в течение 30 с (не допуская избытка раствора перекиси водорода), до обесцвечивания раствора.

Затем раствор кипятят в течение 10 мин, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки, прибавляют 10 мл раствора реактива на фосфаты, перемешивают и через 10 мин фотометрируют по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика. По полученной величине оптической плотности, пользуясь графиком, находят содержание фосфатов в анализируемом растворе.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание фосфора не будет превышать 0,005 мг. Допускается заканчивать определение визуально.

3.5. Определение содержания серы сульфидной

3.5.1. *Применяемые реактивы, растворы и приборы:*

бумага, пропитанная раствором уксуснокислого свинца; готовят по ГОСТ 4517—75;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

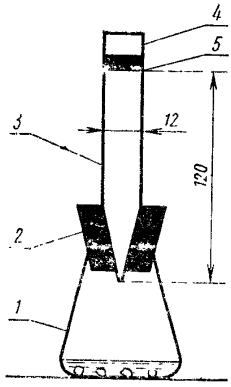
кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор 1 : 2;

раствор содержащий S; готовят по ГОСТ 4212—76;

прибор для определения сульфидной серы (см. чертеж).

3.5.2. *Проведение анализа*

2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и помещают в колбу прибора для определения сульфидной серы (см. чертеж). Затем в колбу приливают 60 мл раствора соляной кислоты и быстро закрывают пробкой с насадкой, представляющей собой трубку из органического стекла, на конец которой помещена бумажка, пропитанная уксуснокислым свинцом и плотно прижатая кольцом из органического стекла. Содержимое колбы выдерживают около 3 ч до полного растворения препарата.



1—колба стеклянная; *2*—пробка резиновая; *3*—трубка из органического стекла; *4*—бумажка, пропитанная уксуснокислым свинцом; *5*—кольцо из органического стекла

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бумажки, пропитанной раствором уксуснокислого свинца от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бумажки от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: 0,001 мг S, 1 г препарата и 60 мл раствора соляной кислоты.

3.6. Определение содержания железа и свинца

3.6.1. *Применяемые приборы, реактивы и растворы:*

спектрограф кварцевый ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем;

генератор ДГ-2 для поджига дуги постоянного тока;

микрофотометр МФ-2;

спектрофотометр ПС-18;

выпрямитель ВАЗ 230×70 (или другой системы);

лампа инфракрасная мощностью 500 Вт;

угли фасонные для спектрального анализа, ос. ч. 7—4 (электроды угольные), верхний — тип 1, нижний — тип III;

фотопластинки спектральные типа II, чувствительностью 150 отн. ед.;

цинк гранулированный по настоящему стандарту, х. ч., проверенный на отсутствие определяемых примесей в условиях данного метода. При наличии незначительных следов примесей их определяют методом добавок и учитывают при построении градуировочного графика;

кислота азотная по ГОСТ 11125—78, ос. ч., раствор 1 : 1;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

натрий хлористый, спектрально-чистый;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74;
калий бромистый по ГОСТ 4160—74;
метол (парамегиламинофенолсульфат) по ГОСТ 5.1177—71;
натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ГОСТ 429—76;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;
натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75;
натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 или
натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76;
проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом:
раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г сернистокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;
раствор Б—16 г безводного углекислого натрия (или 40 г кристаллического углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;
фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;
растворы, содержащие 1 мг/мл Fe и Pb; готовят по ГОСТ 4212—76,

3.6.2. *Подготовка анализируемой пробы*

1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку вместимостью 50 мл, растворяют при нагревании в 10 мл раствора азотной кислоты, раствор выпаривают досуха на электроплитке, а затем прокаливают в муфельной печи при 400—500°С в течение 30 мин. Полученный порошок окиси цинка охлаждают, переносят в ступку из органического стекла и тщательно растирают в течение 2 ч.

60 мг полученной окиси цинка смешивают с 3 мг хлористого натрия и помещают в кратер нижнего угольного электрода (анода).

3.6.3. *Приготовление образцов для построения градуировочного графика*

5 г препарата, проверенного на отсутствие определяемых примесей, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в кварцевую чашку вместимостью 50 мл, растворяют при нагревании в 40 мл азотной кислоты, раствор выпаривают досуха на

электроплитке, а затем прокаливают в муфельной печи при 400—500°С в течение 30 мин.

Для приготовления образца А, содержащего по 0,01% Pb и Fe, взвешивают 1 г полученной окиси цинка (основа) с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в ступку из органического стекла и прибавляют по 0,1 мг Pb и Fe в виде растворов, содержащих 1 мг/мл. После введения каждой примеси содержимое ступки подсушивают под инфракрасной лампой, охлаждают и тщательно растирают в течение 2 ч. Остальные образцы с содержанием примеси готовят разбавлением предыдущего образца в соответствии с табл. 2. Навески берут с погрешностью не более 0,0001 г.

Таблица 2

Номера образцов	Содержание примеси, %		Масса основы, г	Масса разбавляемого образца, г	Общая масса образца, г
	Pb	Fe			
1	0,005	0,005	0,5	0,5 образца А	1
2	0,001	0,001	0,8	0,2 образца 1	1

60 мг полученных образцов для построения градуировочного графика смешивают с 3 мг хлористого натрия и помещают в кратер нижнего угольного электрода (анода).

3.6.4. *Рекомендуемые условия съемки спектрограммы*

Анализ проводят в дуге постоянного тока
Сила тока, А 10
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм 5
Ширина щели, мм 0,015
Экспозиция, с . . . . . 60.

3.6.5. *Проведение анализа*

Щель прибора открывают без предварительного обжига. Зажигают дугу постоянного тока и снимают спектрограмму анализируемой пробы и образцов для построения градуировочного графика.

В кассету помещают две фотопластинки. Спектры анализируемой пробы и образцов снимают в одинаковых условиях не менее трех раз, меняя каждый раз новую пару электродов.

3.6.6. *Обработка спектрограмм и результатов*

Фотопластинки со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых элементов и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой (нм):

Fe — 302,06 или 259,93, или 248,32;
Pb — 283,31.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ΔS.

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где $S_{л+ф}$ — почернение линии + фона;
$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение ($\Delta S'$) для каждого элемента в анализируемой пробе и образце.

По значениям $\Delta S'$ образцов для построения градуировочных графиков для каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций (lgC), а на оси ординат — средние арифметические значения разности почернений ($\Delta S'$).

Содержание каждой примеси в препарате находят по графику с последующим умножением на коэффициент пересчета 1,2.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20 отн. %.

Допускается проводить определение железа по ГОСТ 10555—75 сульфосалициловым методом.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: Б-1, Б-3П, Б-5П, Б-6.

Группа фасовки: III, IV, V.

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

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-изготовителя. Изготовитель должен гарантировать соответствие гранулированного цинка требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения продукта, установленных стандартом.

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

Редактор *Р. Г. Говердовская*
Технический редактор *Ф. И. Шрайбштейн*
Корректор *М. Г. Байрашевская*

Сдано в наб. 26.01.81 Подп. в печ. 16.06.81 0,75 п. л. 0,62 уч.-изд. л. Тир. 4000 Цена 3 коп.

Орлена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., д. 3.
Калужская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго 12/14. Зак. 1063

gost.e-ecolog.ru