Издание официальное

СССР Всесоюзный комитет стандартов при Совнаркоме Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ ЦИНК МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ БЕЗ МЫШЬЯКА (реактив)	**ГОСТ 989—41** Взамен ОСТ НКТП 5766/116 Группа Л51

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

1. Внешний вид — гранулы серебристого цвета весом не более 2 *г* каждая.

2. Препарат должен выдержать следующие испытания:

а) на отсутствие мышьяка — по п. 8,

б) на пригодность для определения мышьяка — по п. 9.

3. Наибольшие количества допустимых примесей в процентах:

а) общее содержание фосфора, не более . . 0,0005,

б) общее содержание серы, не более . . . 0,01,

в) вещества, окисляемые перманганатом, в пересчете на железо, не более 0,006,

г) вещества, нерастворимые в серной кислоте, не более . . . . . 0,04.

II. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

4. Каждую банку сдаваемой партии подвергают наружному осмотру.

5. Отбор проб производят от каждой партии отдельно.

Пробу отбирают от 10% банок партии, но не менее чем из двух банок при малых партиях.

Из каждой отобранной банки отсыпают в чистую сухую банку пропорциональные количества препарата общим весом не менее 0,2 *кг*.

6. Среднюю пробу тщательно перемешивают и помещают в две чистые сухие банки с притертыми стеклянными или корковыми пробками, защищенными снизу пергаментной бумагой.

Банки опечатывают и на каждую наклеивают этикетку с обозначением: наименования завода-изготовителя, названия препарата, номера партии, даты и места отбора пробы и номер настоящего стандарта.

Цена 3 коп.

Внесен Народным комиссариатом химической промышленности СССР	Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов 31/VII 1941 г.	Срок введения 1/X 1941 г.

Переиздание. Июль 1961 г.

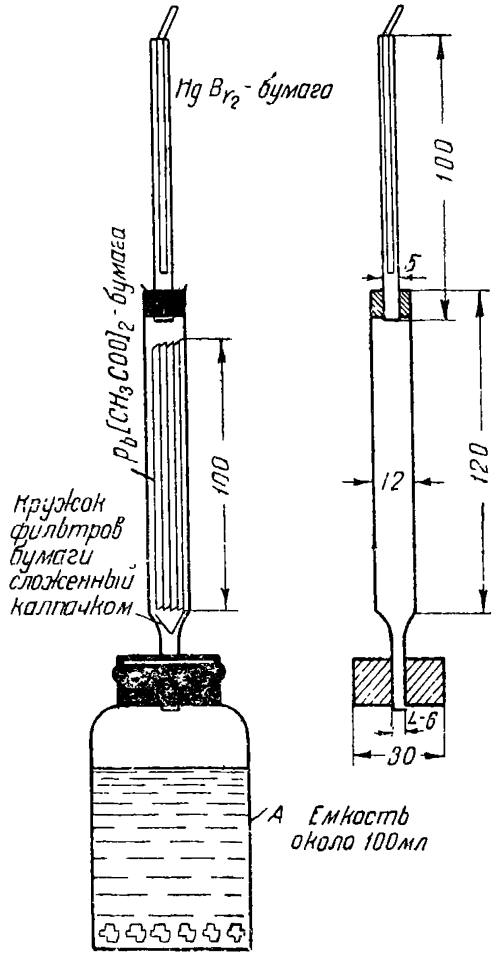
gost.e-ecolog.ru

Одну банку передают в заводскую лабораторию для анализа, а другую хранят в течение двух месяцев на случай арбитражного анализа.

Лаборатория для производства арбитражного анализа выбирается по соглашению сторон.

III. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

7. Навески препарата для испытаний берут с точностью до 0,2 *г*, не дробя гранул цинка.



8. Испытание на отсутствие мышьяка. Испытание производят в аппарате Зангер-Блэка (см. рис.).

Около 5 *г* препарата помещают в сосуд *А*. Трубку *Б* заполняют вертикально расположенными полосками бумаги, пропитанными 5%-ным раствором уксуснокислого свинца. В трубку *В* помещают полоску бумаги, пропитанной раствором бромной ртути. Затем в сосуд *А* приливают 80 *мл* химически чистой серной кислоты (уд. в. 1,84, разбавленной 1 : 7), быстро закрывают сосуд и ставят прибор в темное место.

Через час рассматривают полоску бумаги, помещенную в трубку *В*. Если на нижнем конце полоски не замечают желтого окрашивания, то считают, что препарат соответствует техническим условиям.

Примечания:

1. Бумагу, пропитанную раствором уксуснокислого свинца, готовят следующим образом

Плотную фильтровальную бумагу режут на полосы шириной 8—10 *см*, пропитывают эти полосы 5%-ным раствором уксуснокислого свинца и сушат, разложив их на помещенном горизонтально стекле.

Высушенные полосы пропитывают еще раз тем же раствором и снова высушивают

Затем полосы разрезают на полоски шириной 8—10 *мм* и хранят в банке с притертой пробкой.

2. Бумагу, пропитанную бромной ртутью, готовят следующим образом

Плотные беззольные фильтры пропитывают раствором 1,25 *г* бромной ртути в 25 *мл* этилового спирта и сушат, разложив их на помещенном горизонтально стекле

Высушенные фильтры разрезают на полоски шириной 3—4 *мм* и хранят в банке с притертой пробкой

9. Испытание на пригодность для определения мышьяка. Испытание производят так же, как и испытание на отсутствие мышьяка (п. 8), при этом перед приливанием в сосуд *А* серной кислоты туда вводят 1 *мл* раствора *Б* (см. примечание).

Если через час после приливания серной кислоты на нижнем конце полоски, находящейся в трубке *В*, будет ясно заметно желтое окрашивание, то считают, что препарат соответствует техническим условиям.

Примечание. Тип мышьяка приготовляют, растворяя 1,320 *г* возогнанного As_2O_3 в 10%-ном растворе едкого натра (около 10 *мл*). Объем раствора доводят водой до 1 *л* — раствор *А*.

2 *мл* раствора *А* разбавляют водой до 1 *л* — раствор *Б*.

1 *мл* раствора *Б* содержит 0,002 *мг* мышьяка.

10. Определение общего содержания фосфора. Около 10 *г* препарата помещают в фарфоровую чашку емкостью 300 *мл*, прибавляют 50 *мл* азотной кислоты

(уд. в. 1,4), быстро накрывают часовым стеклом и ставят чашку в вытяжной шкаф. После полного растворения цинка обмывают часовое стекло, собирая воду в ту же чашку, и выпаривают раствор на песчаной бане. При появлении бурых паров раствор начинают помешивать, ведя помешивание до тех пор, пока раствор не выпарится досуха. Затем чашку нагревают на голом огне до прекращения выделения бурых паров.

Полученную окись цинка растворяют при нагревании и помешивании в 35 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19). Раствор разбавляют до 100 *мл*, фильтруют и фильтрат переливают в делительную воронку емкостью 250 *мл*. К раствору в воронке приливают 5 *мл* бутилового спирта, 6 *мл* 10%-ного раствора молибденовокислого аммония и жидкость в воронке взбалтывают до растворения бутилового спирта. Затем к раствору в воронке приливают 20 *мл* смеси бутилового спирта с хлороформом (1 : 3 по объему) и воронку с жидкостью переворачивают несколько раз (не встряхивая) до тех пор, пока слои после разделения не станут прозрачными.

В присутствии фосфора нижний слой, состоящий из смеси бутилового спирта с хлороформом, окрашивается в желтый цвет. Этот слой спускают в коническую колбу емкостью 75—100 *мл*, доводят его объем бутиловым спиртом до 25 *мл* и тщательно перемешивают.

К раствору, оставшемуся в делительной воронке, прибавляют еще 20 *мл* смеси бутилового спирта с хлороформом и снова извлекают фосфор так, как указано выше, выпуская нижний слой из делительной воронки в другую коническую колбу. Это извлечение служит для контроля полноты извлечения фосфора.

Если полученный при этом нижний слой бесцветен, то его выливают, если же он окрашен в желтый цвет, то его приливают к испытуемому раствору в первой конической колбе.

Затем готовят типовой раствор фосфора, для чего к оставшемуся в делительной воронке раствору приливают 2.5 *мл* раствора *Б* (см. примечание 2), раствор встряхивают и приливают 20 *мл* той же смеси бутилового спирта с хлороформом. Извлечение фосфора производят так, как указано выше, не производя контрольного извлечения. Нижний слой сливают в коническую колбу емкостью 75—100 *мл*, доводят бутиловым спиртом до объема, равного объему испытуемого раствора, и тщательно перемешивают.

Испытуемый и типовой растворы сравнивают между собой в проходящем свете на белом фоне.

Если окраска испытуемого раствора не окажется интенсивнее окраски типового раствора, то считают, что препарат соответствует техническим условиям.

Примечания:

1. Раствор молибденовокислого аммония готовят, растворяя при нагревании 10 *г* молибденовокислого аммония реактивного (ГОСТ 3765—53) в 90 *мл* воды. По охлаждении раствор фильтруют.

2. Тип фосфора готовят, растворяя в воде 1,433 *г* калия фосфорнокислого однозамещенного. Раствор разбавляют водой до 1 *л* — раствор *А*.

6 *мл* раствора *А* разбавляют водой до 100 *мл* — раствор *Б*.

1 *мл* раствора *Б* содержит 0,06 *мг* PO'''_4 или 0,02 *мг* фосфора.

11. Определение общего содержания серы. Около 10 *г* препарата растворяют в 50 *мл* азотной кислоты (уд. в. 1,4) и выпаривают досуха. Растворение и выпаривание производят так, как это указано в методике определения общего содержания фосфора (п. 10).

Полученную окись цинка растворяют при нагревании в 30 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19), помешивая раствор стеклянной палочкой. Раствор выпаривают на водяной бане до появления кристаллов, после чего приливают к нему 100 *мл* воды и перемешивают. Если полученный раствор окажется мутным, то к нему прибавляют по каплям при помешивании соляную кислоту (уд. в. 1,125), до исчезновения мути. Раствор фильтруют, нагревают до кипения, прибавляют к нему 1 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,125), 5 *мл* 10%-ного раствора хлористого бария и дают отстояться в течение ночи. Раствор фильтруют через взвешенный фарфоровый фильтр-тигель ($А_1$ или $А_2$), осадок промывают холодной водой до отрицательной реакции на ион хлора, сушат и прокаливают до постоянного веса.

Одновременно определяют количество серы, содержащейся в азотной и соляной кислотах, применяемых для данного определения. Для этого в фарфоровую чашку наливают 50 *мл* азотной кислоты (уд. в. 1,4), 2 *мл* 1%-ного раствора углекислого натрия и жидкость выпаривают на водяной бане досуха. К остатку приливают 30 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19) и снова выпаривают досуха.

Полученный остаток растворяют в 100 *мл* воды, раствор нагревают до кипения, прибавляют 1 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,125), 5 *мл* 10%-ного раствора хлористого бария и далее поступают так, как указано выше.

Общее содержание серы в процентах (A) определяют по формуле:

$$A = \frac{(a-b) \cdot 0{,}1373 \cdot 100}{c},$$

где:

a — вес прокаленного остатка, полученного при обработке испытуемого препарата, в *г*,

b — вес прокаленного остатка, полученного при обработке кислот, применяемых при определении содержания серы в *г*,

c — навеска препарата в *г*,

0,1373 — коэффициент для пересчета $BaSO_4$ на S ($\log = 1{,}13767$).

12. Определение содержания веществ, окисляемых перманганатом калия. Около 5 *г* препарата помещают в платиновую чашку (соприкосновение с платиной ускоряет растворение препарата) и растворяют в 80 *мл* серной кислоты (уд. в. 1,84, разбавленной 1 : 7).

Полученный раствор титруют 0,01 н раствором перманганата калия до появления неисчезающей в течение 5 *мин* розовой окраски.

Одновременно проводят контрольный опыт, титруя таким же образом 80 *мл* той же серной кислоты, не бывшей в употреблении.

Расчет производят по разности между данными первого и второго титрования.

1 *мл* 0.01 н раствора перманганата калия соответствует 0,00056 *г* железа ($\log = 4{,}74819$).

13. Определение содержания веществ, нерастворимых в серной кислоте. Около 5 *г* препарата помещают в платиновую чашку и растворяют в 80 *мл* серной кислоты (уд. в. 1,84, разбавленной 1 : 7).

Полученный раствор фильтруют через взвешенный фильтр-тигель № 4 или фарфоровый фильтр-тигель A_2. Остаток промывают пять раз 1 н раствором серной кислоты, а затем три раза ректификованным этиловым спиртом и сушат при температуре 105—110°С до постоянного веса.

Содержание веществ, нерастворимых в серной кислоте, в процентах (B) вычисляют по формуле:

$$B = \frac{a \cdot 100}{b},$$

где:

a — вес прокаленного остатка в *г*,

b — навеска препарата в *г*.

IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

14. Препарат упаковывают в стеклянные банки с притертыми стеклянными или тщательно пригнанными корковыми пробками, защищенными снизу пергаментной бумагой. Сверху пробки покрывают эластичной капсулой или пергаментной бумагой.

15. В банки помещают от 0,1 *кг* до 2 *кг* препарата с интервалом в 100 *г* и от 2 до 5 *кг* с интервалом в 500 *г*.

16. На каждую банку наклеивают этикетку с обозначениями: наименования завода-изготовителя, названия препарата, времени изготовления, номера партии, номера анализа, веса нетто, знака контролера и номера настоящего стандарта.

Замена

ГОСТ 3765—53 введен взамен ОСТ 5016.

---

gost.e-ecolog.ru

Стандартгиз. Подп. к печ. 24/VIII 1961 г. 0,5 п. л. Тир. 2000

Балашов. Городская типография. Заказ № 3962