

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ЦИНК МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ ГРАНУЛИРОВАННЫЙ

ГОСТ 989—62

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.41(083.74) Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

ЦИНК МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ ГРАНУЛИРОВАННЫЙ

Reagents
Zinc metal granular

ГОСТ 989—62

Взамен
ГОСТ 989—41

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР 12/X 1962 г. Срок введения установлен
с 1/VII 1963 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Цинк металлический гранулированный представляет собой гранулы серебристого цвета весом около 2 г каждая.

Для получения реактива применяют цинк металлический марок Ц0 и Ц1 (ГОСТ 3640—65).

Формула: Zn

Атомный вес (по международным атомным весам 1959 г.)—65,38.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1. Цинк металлический гранулированный должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименования показателей	Нормы	
	Химически чистый (х. ч.)	Чистый для анализа (ч. д. а.)
1. Нерастворимые в серной кислоте вещества в %, не более	0,04	0,04
2. Мышьяк (As) в %, не более	0,000001	0,000005
3. Испытание на пригодность для определения мышьяка	Должен выдерживать испытания по п. 4	
4. Фосфор (P) в %, не более	0,0005	0,0005
5. Сера сульфидная (S) в %, не более	0,0001	0,0001
6. Железо (Fe) в %, не более	0,002	0,004
7 Свинец (Pb) в %, не более	0,003	0,005

Внесен Государственным комитетом Совета Министров СССР по химии

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Март 1973 г.

©Издательство стандартов, 1973

II. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2. Отбор проб производят по ГОСТ 3885—66. Общий вес отобранной средней пробы должен быть не менее 200 г.

3. Определение содержания нерастворимых в серной кислоте веществ

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, х. ч., разбавленная 1 : 7 и 1 н раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

б) *Проведение испытания*

5 г препарата взвешивают с точностью до 0,1 г, помещают в стакан вместимостью 250 мл и растворяют в 80 мл раствора серной кислоты (разбавленной 1 : 7).

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

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес высушенного остатка будет не более 2 мг.

4. Определение содержания мышьяка As и испытание цинка на пригодность для определения мышьяка

а) *Применяемые реактивы и растворы.*

Бумажка бромнортутная, готовят по ГОСТ 4517—65. Бумажка годна в течение месяца (хранить в банке оранжевого стекла с притертой пробкой в эксикаторе)

Бумажка, пропитанная раствором уксуснокислого свинца, готовят по ГОСТ 4517—65.

Кислота серная по ГОСТ 4204—67, х. ч., разбавленная 1 : 7.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—68, 10%-ный раствор, готовят следующим образом: 10 г $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ растворяют при нагревании в 20 мл соляной кислоты, разбавляют объем раствора водой до 100 мл и перемешивают.

Раствор, содержащий As, готовят по ГОСТ 4212—62; разбавленный раствор, содержащий 0,001 мг As в 1 мл, должен быть свежеприготовленным.

б) *Проведение испытания*

20 г препарата (по возможности гранулы одинаковой величины) взвешивают с точностью до 0,1 г, помещают в колбу прибора для определения мышьяка (ГОСТ 4167—61). Прибавляют 0,5 мл раствора двухлористого олова, 160 мл раствора серной кислоты и сразу же закрывают колбу пробкой. Одновременно с испытуемым раствором готовят три эталонных раствора, содержащих в

том же объеме соответственно 0,0000 мг 0,0001 мг и 0,0005 мг As, 10 г испытуемого цинка и те же количества растворов двухлористого олова и серной кислоты.

Препарат считают соответствующим стандарту по содержанию мышьяка, если через 1,5 ч окраска бромнортутной бумажки от испытуемого раствора будет не интенсивнее окраски бромнортутной бумажки от эталонного раствора, содержащего:

для препарата химически чистый — 0,0001 мг As;

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

Препарат считают соответствующим стандарту на пригодность для определения мышьяка, если окраски бромнортутных бумажек от трех эталонных растворов заметно отличаются между собой.

5. Определение содержания фосфора (P)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—60.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—72, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, 0,1 н раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, х. ч., 25%-ный раствор.

Перекись водорода по ГОСТ 177—71, «медицинская», 0,1%-ный раствор.

Раствор реактива на фосфор, готовят следующим образом: 0,3 г аммония ванадиевокислого мета растворяют в 220 мл воды, затем добавляют 280 мл раствора азотной кислоты, прибавляют 12,5 г аммония молибденовокислого и перемешивают до получения прозрачного раствора.

Раствор, содержащий фосфор, готовят по ГОСТ 4212—62.

б) *Проведение испытания*

1 г препарата взвешивают с точностью до 0,1 г, помещают в стаканчик вместимостью 50 мл, добавляют 10 мл раствора азотной кислоты и, накрыв стаканчик часовым стеклом, растворяют препарат сначала на холоде, затем (когда прекратится бурное выделение пузырьков газа) при нагревании.

После растворения цинка объем доводят водой до 15 мл, нагревают до кипения и прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до появления неисчезающей окраски.

Стаканчик с раствором охлаждают и прибавляют по каплям раствор перекиси водорода до обесцвечивания раствора. После прибавления каждой капли раствора перекиси водорода содержимое стаканчика тщательно перемешивают в течение 30 с. Избыток раствора перекиси водорода прибавлять нельзя.

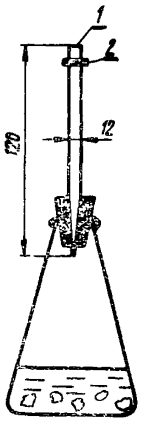
Раствор кипятят в течение 10 мин, охлаждают, доводят объем раствора водой до 15 мл, прибавляют 10 мл раствора реактива на фосфор и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая на фоне молочного стекла через 10 мин окраска испытуе-

мого раствора будет не интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме 0,005 мг Р и 10 мл раствора реактива на фосфор.

6. Определение содержания серы (S)

а) *Применяемые реактивы, растворы и приборы*



1—бумага, пропитанная раствором уксуснокислого свинца; *2*—кольцо из оргстекла, плотно прижимающее бумагу.

Прибор для определения сульфидной серы (см. чертеж).

Бумага, пропитанная раствором уксуснокислого свинца, готовят по ГОСТ 4517—65.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, х. ч., раствор, разбавленный 1 : 4.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, ч. д. а., 0,1 и раствор.

Раствор, содержащий серу, готовят следующим образом: 0,3 мл точно 0,1 н раствора натрия серноватистокислого помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор должен быть свежеприготовленным.

1 мл раствора содержит 0,01 мг S.

б) *Проведение испытания*

5 г препарата взвешивают с точностью до 0,1 г, помещают в колбу прибора для определения сульфидной серы, приливают 35 мл раствора соляной кислоты и быстро закрывают колбу пробкой со специальной насадкой.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое через 1 ч бурое окрашивание бумажки, пропитанной раствором уксуснокислого свинца, полученное от испытуемого раствора, будет не интенсивнее окрашивания бумажки от эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего 0,0025 мг S, 2,5 г испытуемого цинка и 35 мл раствора соляной кислоты.

7. Определение содержания железа (Fe) в свинце (Pb)

а) *Применяемые аппаратура, реактивы и растворы*

Спектрограф ИСП-22 или ИСП-28.

Генератор ПС-39 или генератор ДГ-1 или ДГ-2.

Микрофотометр МФ-2 или МФ-4.

Спектропроектор с 20-кратным увеличением ПС-18.

Спектрально чистые угольные электроды диаметром 6 мм.

Верхние электроды заточены на конус, в нижних высверлен цилиндрический канал диаметром 3,2 мм, глубиной 7 мм.

До проведения анализа угли испытывают на отсутствие в их спектрах линий:

железа (Fe)	3020,64 Å
свинца (Pb)	2833,07 Å

Конденсор кварцевый ($F = 160$ мм).

Фотопластинки изохром светочувствительностью 45 единиц по ГОСТ 10691—63.

Цинк азотнокислый по ГОСТ 5106—69, ч. д. а., не содержащий примесей железа и свинца, что испытывают в условиях данной методики, при этом в спектре полученной окиси цинка не должно быть линий:

железа (Fe)	3020,64 Å
свинца (Pb)	2833,07 Å

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, х. ч., разбавленная 1 : 1.

Проявитель, составляемый из двух растворов, готовят по ГОСТ 9199—68.

Фиксаж (быстродействующий), готовят по ГОСТ 9199—68.

Растворы, содержащие железо (F, III) и свинец, готовят по ГОСТ 4212—62.

б) *Проведение испытания*

Подготовка испытуемой пробы. 5 г препарата взвешивают с точностью до 0,1 г, растворяют при нагревании в 40 мл раствора азотной кислоты. Раствор выпаривают досуха, остаток сушат, затем прокаливают сначала на плитке, потом в муфеле при температуре не более 500°С в течение 15—20 мин. Полученный порошок окиси цинка охлаждают и тщательно растирают агатовым пестиком до получения однородной массы.

Приготовление эталонов. Для каждого эталона взвешивают с точностью до 0,1 г 139,2 г азотнокислого цинка, (что соответствует 30 г цинка металлического), помещают в платиновую чашку и расплавляют на плитке. Затем прибавляют нижеуказанные количества железа и свинца (в виде растворов, содержащих 0,1 и 1 мг примеси в 1 мл).

I. Эталон для препарата квалификации «химически чистый»

0,6 мг Fe, что соответствует 0,002% Fe;

0,9 мг Pb, что соответствует 0,003% Pb.

II. Эталон для препарата квалификации «чистый для анализа»

1,2 мг Fe, что соответствует 0,004% Fe;

1,5 мг Pb, что соответствует 0,005% Pb.

После добавления растворов, содержащих примеси железа и свинца, содержимое чашки тщательно перемешивают, высушива-

ют и прокаливают на плитке, а затем в муфеле при температуре не более 500°С в течение 15—20 мин. Полученную окись цинка охлаждают, растирают агатовым пестиком и тщательно перемешивают.

Условия съемки спектрограммы. Анализ производят в активизированной дуге переменного тока:

напряжение 200—220 В;

сила тока 8±0,5 А;

ширина щели на спектрографе 0,01 мм;

дуговой промежуток 1 мм;

расстояние сферического конденсора от щели спектрографа 700 мм;

расстояние источника света от щели спектрографа 850 мм;

время экспозиции для определения свинца, которое является предэкспозицией для железа 40 с;

время экспозиции для определения железа 1 мин.

Перед каждой съемкой электроды предварительно обжигают и затем снимают спектр для контроля на отсутствие в электродах примесей. После обжига электродов и некоторого охлаждения их в кратер нижнего электрода вносят 0,15 г испытуемой пробы и снимают спектрограмму.

Также поступают с эталонами. Спектры испытуемого и эталонных образцов снимают на одной пластинке 2—3 раза.

Обработка спектрограммы и подсчет результатов анализа. Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование спектральных линий, измеряя почернение линий каждой примеси и фона, пользуясь лагорифмической шкалой:

Fe . . . . . , 3020,64 Å

Pb . . . . . , 2833,07 Å

Препарат считают соответствующим стандарту, если разность почернения соответствующих линий и фона ΔS испытуемой пробы не будет превышать разности почернения эталона соответствующей квалификации.

III. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

8. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—66.

Вид упаковки: Б-1, Б-3п, Б-5п.

Группа фасовки: III, IV, V.

Замена

ГОСТ 36—68 введен взамен ГОСТ 36—40.
ГОСТ 177—71 введен взамен ГОСТ 177—55.
ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46
ГОСТ 3640—65 введен взамен ГОСТ 3640—47.
ГОСТ 3765—72 введен взамен ГОСТ 3765—53.
ГОСТ 3885—66 введен взамен ГОСТ 3885—59.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 4215—66 введен взамен ГОСТ 4215—48
ГОСТ 4461—67 введен взамен ГОСТ 4461—48.
ГОСТ 4517—65 введен взамен ГОСТ 4517—48.
ГОСТ 4527—65 введен взамен ГОСТ 4527—48.
ГОСТ 5106—69 введен взамен ГОСТ 5106—49.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ГОСТ 5962—51.
ГОСТ 6709—72 введен взамен ГОСТ 6709—53.
ГОСТ 9199—68 введен взамен ГОСТ 9199—59.
ГОСТ 10691—63 ввеедн взамен ГОСТ 2817—50.

Редактор *В. С. Цепкина*
Технический редактор *Т. И. Неверова*
Корректор *С Е. Ирлина*

Сдано в наб 17/IV 1973 г Подп. в печ 18/VI 1973 г 0,5 п. л Тир. 2000

Издательство стандартов. Москва. Д-22, Новопресненский пер., д 3.
юсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 2073

gost.e-ecolog.ru