ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КУПОРОС ЦИНКОВЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 8723—82

Издание официальное

50 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.847.532 : 006.354 Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КУПОРОС ЦИНКОВЫЙ

Технические условия

Zinc vitriol. Specifications

ГОСТ 8723—82

ОКП 21 4123

Срок действия с 01.01.84
до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на цинковый купорос, предназначенный для химической, металлургической промышленности, сельского хозяйства и для других технических целей.

Формула $ZnSO_4 \cdot nH_2O$, где n равно или менее 7.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Цинковый купорос должен изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям цинковый купорос должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1.3. В цинковом купоросе, предназначенном для производства химических волокон, целлофана и ядохимикатов, массовая доля суммы кальция и магния не должна быть более 0,3 % , массовая доля растворимой двуокиси кремния — не более 0,1 % .

1.4. В цинковом купоросе, предназначенном для производства двуокиси титана, массовая доля марганца не должна быть более 0,009 % , железа — не более 0,01 % . Массовая доля хлора не нормируется.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1983
© Издательство стандартов, 1990
Переиздание с Изменениями

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для сорта	
	Высшего	1-го
	ОКП 21 4123 0110	ОКП 21 4123 0120
1. Внешний вид	Кристаллы, чешуйки, гранулы, порошок белого цвета	Кристаллы, чешуйки, гранулы, порошок белого цвета. Допускаются различные цветовые оттенки
2. Массовая доля цинка, %, не менее	39	37
3. Массовая доля хлора, %, не более	0,3	0,4
4. Массовая доля фтора, %, не более	0,3	0,4
5. pH 5 %-ного раствора, не ниже	4	4
6. Массовая доля нерастворимого в кислой среде остатка, %, не более	0,03	0,05
7. Массовая доля суммы тяжелых металлов свинца, кадмия, меди, никеля, %, не более	Не нормируется	
в том числе:		
массовая доля свинца, %, не более	0,002	0,007
массовая доля кадмия, %, не более	0,002	0,007
массовая доля меди, %, не более	0,001	0,003
массовая доля никеля, %, не более	0,005	0,009
8. Массовая доля железа, %, не более	0,02	0,03
9. Массовая доля марганца, %, не более	0,02	0,04

Примечания:

1. Массовые доли цинка и примесей даны для безводного продукта.
2. Массовая доля фтора нормируется в цинковом купоросе, предназначенном для производства вискозных нитей, вискозных волокон и комбикормов.
3. Допускается по согласованию с потребителем в цинковом купоросе 1-го сорта, предназначенном для производства химических волокон, массовая доля нерастворимого в кислой среде остатка не более 0,08 %;
4. Допускается в цинковом купоросе высшего сорта, предназначенном для производства химического волокна, массовая доля кадмия — не более 0,005 %, меди — не более 0,003 %, никеля — не более 0,008 % (в пределах массовой доли установленной суммы тяжелых металлов — не более 0,01 %). В цинковом купоросе первого сорта допускается массовая доля кадмия — не более 0,010 %, меди — не более 0,005 %, никеля — не более 0,015 % (в пределах массовой доли установленной суммы тяжелых металлов — не более 0,026 %).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1.5. Цинковый купорос, предназначенный для производства комбикормов, должен быть в порошкообразном виде с остатком на сетке № 025К по ГОСТ 6613—86 не более 8 %, на сетке № 05К — не более 0,3 %; массовая доля мышьяка не должна быть более 0,002 %, фтора — не более 0,2 %, потери массы при

прокаливании — не более 10 % . Массовая доля нерастворимого в кислой среде остатка, меди, железа и марганца не нормируется.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.6. Цинковый купорос, предназначенный для экспорта, должен быть не более 10 % потерь массы при прокаливании и быть сыпучим.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Цинковый купорос по степени воздействия на организм согласно ГОСТ 12.1.007—76 относится к веществам 2-го класса опасности.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. При работе цинковый купорос может поступать в организм через органы дыхания, желудочно-кишечный тракт и неповрежденную кожу. При контакте с кожей вызывает изъязвления — так называемые «птичьи глазки». Тыльная часть кистей поражается чаще, чем ладонь. При постоянной работе в атмосфере, загрязненной аэрозолями цинкового купороса, могут возникнуть атрофии и эрозии слизистой оболочки рта и верхних дыхательных путей.

2.3. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны производственных помещений должны соответствовать ГОСТ 12.1.005—88. Предельно допустимая концентрация аэрозолей цинкового купороса в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) по ГОСТ 12.1.005—76—0,5 мг/м^3.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3.1. Контроль за содержанием аэрозолей цинкового купороса в воздухе рабочей зоны производственных помещений должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007—76.

Содержание аэрозолей цинкового купороса в воздухе рабочей зоны производственных помещений определяют методами, утвержденными Министерством здравоохранения СССР.

2.3.2. Предельно допустимая концентрация цинка (Zn^{2+}) в питьевой воде по ГОСТ 2874—82—5 мг/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.4. Утилизация, обезвреживание и уничтожение цинкового купороса производятся в соответствии с документацией, утвержденной в установленном порядке и согласованной с санитарно-эпидемиологической службой Министерства здравоохранения СССР.

2.5. В воздушной среде и сточных водах в присутствии других веществ или факторов цинковый купорос токсичных веществ не образует.

2.6. **(Исключен, Изм. № 3).**

2.7. Цинковый купорос пожаровзрывобезопасен.

2.8. Производственные помещения, в которых проводится работа с цинковым купоросом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021—75, обеспечивающей состояние воздушной среды в соответствии с ГОСТ 12.1.005—88.

2.9. **(Исключен, Изм. № 3).**

2.10. Все операции по обработке проб (измельчение, перемешивание и сокращение) проводят в вытяжных шкафах.

2.10.1. Химические анализы должны проводиться в соответствии с нормативно-технической документацией по безопасному ведению работ в химической лаборатории.

2.11. Работающие с цинковым купоросом должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты по нормам выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств защиты, утвержденным в установленном порядке.

Для защиты органов дыхания должен применяться респиратор типа «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028—76.

2.11.1—2.13. **(Исключен, Изм. № 3).**

2.14. Требования безопасности при погрузочно-разгрузочных работах — по ГОСТ 12.3.009—76.

2.15. **(Исключен, Изм. № 3).**

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Цинковый купорос принимают партиями. Партией считают продукт, однородный по своим качественным показателям, сопровождаемый одним документом о качестве. Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование и сорт продукта;

номер партии и количество мест в партии;

массу (нетто) партии;

результаты анализа или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;

дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

Для продукта, предназначенного на экспорт, масса партии устанавливается в соответствии с заказом-нарядом Внешнеторгового объединения.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. В цинковом купоросе, предназначенном для производства комбикормов, массовая доля нерастворимого в кислой среде остатка, меди, железа и марганца определяется по требованию потребителя.

3.3. Для проверки качества цинкового купороса отбирают 5 % мешков или контейнеров, но не менее трех.

3.4. При получении **неудовлетворительных результатов** анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ пробы, отобранной от удвоенного количества единиц продукции той же партии.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3.5. Массовую долю свинца, фтора и двуокиси кремния в цинковом купоросе, предназначенном для производства химических волокон, определяют периодически в каждой десятой партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб. Общие требования к методам анализа

4.1.1. Точечные пробы цинкового купороса отбирают механическим пробоотборником или щупом, погружая его на $^3/_4$ глубины мешка. Масса точечной пробы, отобранной от каждого мешка, должна быть не менее 200 г.

Точечные пробы от контейнера отбирают совком шириной 110 мм, длиной 150 мм, с бортами высотой 40 мм, вычерпыванием с поверхности из пяти точек контейнера по диагонали. Масса пробы, отобранной от каждого контейнера, должна быть не менее 500 г.

4.1.2. Отобранные точечные пробы соединяют в общую пробу, тщательно перемешивают, сокращают квартованием до массы средней пробы около 500 г.

Для определения гранулометрического состава от средней пробы отбирают 100 г цинкового купороса.

Остаток средней пробы измельчают до 1 мм, помещают в чистую сухую стеклянную банку с притертой пробкой или полиэтиленовый пакет, который заваривают. На банку наклеивают, а в пакет вкладывают этикетку с указанием наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.1.3. Мерная посуда должна соответствовать 2-му или более высокому классу точности по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74.

4.1.4. Для взвешивания навесок применяются лабораторные весы общего назначения с наибольшими пределами взвешивания 1, 200 и 500 г, имеющие случайные погрешности взвешивания 0,001, 0,0002 и 0,01 г соответственно.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.1.5. Проверку градуировочных графиков при фотометрических и экстракционно-фотометрических определениях проводят одновременно с проведением анализа не реже одного раза в месяц.

4.1.6. Допускаемые расхождения равны разности между большим и меньшим из результатов двух параллельных определений. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.1.7. Для проведения анализов и приготовления растворов применяют реактивы квалификации х. ч. или ч. д. а.

4.1.8. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов состава цинкового купороса ГСО 1704—79—ГСО 1709—79 (при атомно-абсорбционном определении меди, никеля, железа, марганца, кальция и магния) методом добавок (при определении хлора, фтора, свинца, кадмия, растворимой двуокиси кремния, мышьяка, меди, никеля, железа, марганца, кальция и магния) или методом варьирования навески (при определении цинка и нерастворимого остатка) не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, аппаратуры, после длительного перерыва в работе.

4.1.9. Анализ стандартных образцов проводят одновременно с анализом проб. При этом содержание определяемых компонентов в стандартном образце и анализируемой пробе не должно отличаться более чем в два раза.

Результаты анализа считаются правильными, если воспроизведенная массовая доля определяемого компонента в стандартном образце отличается от его аттестованной характеристики не более чем на половину величины допускаемого расхождения между результатами параллельных определений.

4.1.10. При контроле правильности результатов анализа по методу добавок величину добавки выбирают таким образом, чтобы она составляла 50—100 % содержания определяемого компонента в анализируемой пробе. Найденную величину добавки рассчитывают как разность между содержанием определяемого компонента в пробе с добавкой ($C_{п+д}$) и результатом анализа пробы ($C_п$). Результат анализа признается правильным, если найденная величина добавки отличается от введенного содержания не более чем на $0{,}5\sqrt{d_п^2+d_{п+д}^2}$, где $d_п$ и $d_{п+д}$ — допустимые расхождения результатов параллельных определений в пробе и в пробе с добавкой.

4.1.11. При контроле правильности результатов анализа методом варьирования навески выполняют определение цинка. Масса навески должна быть 0,3 и 0,5 г. При определении не растворимого в кислой среде остатка масса навески должна быть 10 и 20 г. Для растворения остатка используют 200 см^3 воды и 2 см^3 раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 3.

Анализ признается правильным, если расхождения между результатами, полученными для разных навесок, не превышают 0,71 d, где d — допускаемые расхождения результатов параллельных определений.

4.1.8—4.1.11. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

4.2. Внешний вид и сыпучесть цинкового купороса определяют визуально.

Цвет цинкового купороса устанавливается сравнением пробы со стандартными образцами предприятия, утвержденными в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3. Определение массовой доли цинка

4.3.1. *Сущность метода*

Метод основан на комплексонометрическом титровании цинка при pH 5,6—5,7 с индикатором ксиленоловым оранжевым.

4.3.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Печь муфельная с терморегулятором, позволяющая получить температуру до 500 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 1.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, 15 % -ный раствор.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор), 0,5 % -ный водный раствор.

Ацетатный буферный раствор с pH 5,6—5,7; готовят следующим образом: 15 % -ный раствор уксуснокислого аммония подкисляют уксусной кислотой до pH 5,6—5,7 (на 1 дм³ раствора уксуснокислого аммония добавляют около 30 см³ кислоты) и проверяют pH с помощью pH-метра.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,075 моль/дм³; *готовят следующим образом*: 27,9 г *трилона Б* растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Цинк по ГОСТ 3640—79, марки ЦВ или цинк металлический гранулированный по ГОСТ 26032—83, ГОСТ 20504—81.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

4.3.3. *Установка титра раствора трилона Б*

Около 0,15 г цинка взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют на холоду в 10—15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, прибавляют 2 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают до выделения паров серной кислоты. После этого охлаждают, растворяют остаток в 200 см³ воды, добавляют около 0,5 г фтористого аммония, 2—3 капли раствора ксиленолового оранжевого и осторожно нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1 : 1, до перехода окраски в бледно-красно-фиолетовую. Затем прибавляют 30 см³ буферного раствора и титруют раствором трилона Б до устойчивой лимонно-желтой окраски.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в граммах цинка, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески цинка, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

Титр раствора устанавливают не менее, чем по трем навескам цинка.

4.3.4. *Определение потери массы при прокаливании*

3 г цинкового купороса, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи при 350—400 °С в течение 2 ч. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Потерю массы при прокаливании (X) в процентах вычисляют по формуле с точностью до 0,01 % .

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески цинкового купороса, г;

m_1 — масса цинкового купороса после прокаливания, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,30 % .

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3.5. *Проведение анализа*

0,5 г цинкового купороса, взятого после определения потери массы при прокаливании по п. 4.3.4, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, растворяют в 150—200 см^3 воды, прибавляют 0,5 г фтористого аммония, 30 см^3 буферного раствора, 2—3 капли раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из фиолетовой в лимонно-желтую.

4.3.6. *Обработка результатов*

Массовую долю цинка (X_1) в процентах вычисляют по формуле с точностью до 0,01 % .

$$X_1 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески цинкового купороса, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр раствора трилона Б, выраженный в граммах цинка.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,30 % .

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.4. Определение массовой доли хлора

4.4.1. *Сущность метода*

Метод основан на полярографировании хлора на фоне серной кислоты при потенциале пика плюс 0,2 В относительно электрода сравнения.

Метод предназначен для определения хлора в цинковом купоросе в интервале массовых долей 0,05—0,7 % .

4.4.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Полярограф осциллографический типа ПО-5122 или полярограф переменного тока типа ППТ-1, или полярографы аналогичных типов, обеспечивающие точность определения.

Ячейка полярографическая с выносным электродом сравнения типа Hg/KNO_3 (насыщенный).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 0,05 моль/дм^3 (0,1 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72; воду и реактивы проверяют на отсутствие хлора (проба с азотнокислым серебром).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Стандартный раствор хлора; готовят следующим образом: 0,1649 г хлористого натрия, прокаленного при 500 °С, растворяют в растворе серной кислоты 0,05 моль/дм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки той же кислотой и перемешивают; 1 см^3 раствора содержит 0,1 мг хлора.

Растворы сравнения; готовят (только необходимые) следующим образом: в девять мерных колб вместимостью 100 см^3 отмеривают 1,0; 1,5; 3,0; 4,0; 5,0; 7,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см^3 стандартного раствора хлора, что соответствует концентрациям хлора 1,0; 1,5: 3,0; 4,0; 5,0; 7,0; 10,0; 15,0 и 20,0 мг/дм^3, разбавляют до метки раствором серной кислоты 0,05 моль/дм^3 и перемешивают. При необходимости могут быть приготовлены растворы промежуточных концентраций.

4.4.3. *Проведение анализа*

0,25—1 г цинкового купороса, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 30—50 см^3 раствора серной кислоты 0,05 моль/дм^3, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки той же кислотой и перемешивают. Раствор заливают в электролизер и проводят полярографирование хлора при потенциале пика около плюс 0,2 В относительно электрода сравнения.

Полярографирование с применением осциллографического полярографа проводят при начальном напряжении плюс 0,35 В, ко-

нечном — минус 0,22 В, скорости подачи напряжения 0,25—0,5 В/с, периоде капания ртути 4—5 с, задержке 2,8—4 с, интегральной схеме прибора и оптимальных значениях диапазона тока.

Полярографирование с применением полярографа переменного тока проводят при периоде капания ртути 2,5—3 с и оптимальных значениях диапазона тока.

В аналогичных условиях проводят полярографирование раствора контрольного опыта и растворов сравнения. Для уменьшения погрешности анализа для расчета берут такие высоты пиков хлора в растворах сравнения, чтобы значения их в пределах (0±8) % совпадали с высотами пиков хлора в анализируемых растворах.

4.4.4. *Обработка результатов*

Массовую долю хлора (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(H-h)\cdot V\cdot 100}{K\cdot m\cdot 10000\cdot(100-X)},$$

где m — масса навески цинкового купороса, г;

H — высота волны хлора в анализируемом растворе пробы, мм;

h — высота волны хлора в контрольном опыте, мм;

V — объем мерной колбы для разбавления раствора пробы, $см^3$;

K — коэффициент пересчета, найденный при делении высоты волны хлора на его концентрацию в растворе сравнения, мм/мг/$дм^3$;

X — потеря массы при прокаливании, определенная по п. 4.3.4, % .

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля, хлора, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,1	0,02
Св.0,1 » 0,3	0,03
» 0,3	0,04

4.5. Определение массовой доли фтора

4.5.1. *Сущность метода*

Метод основан на потенциометрическом определении фтора с ионоселективным электродом.

Метод предназначен для определения фтора в цинковом купоросе в интервале массовых долей от 0,01 до 0,6 % .

4.5.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

pH-метр-милливольтметр типа pH-341, pH-340, pH-121, ЛПМ-60М или других типов.

Электрод измерительный фторидный ЭF — VI; в промежутках между измерениями электрод должен быть погружен в раствор фтористого натрия с концентрацией, близкой концентрациям анализируемых растворов.

Электрод вспомогательный хлорсеребряный по ГОСТ 16286—84.

Вспомогательный и измерительный электроды подключают к pH-метру согласно инструкции по эксплуатации, прилагаемой к прибору.

Мешалка магнитная типа ММ-3, ММ-01 или других типов.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, высушенный при 105 °С в течение 2 ч.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Ацетатный буферный раствор с pH 5,7—5,9; готовят следующим образом: 231 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм^3 воды и добавляют уксусную кислоту до pH 5,7—5,9 (на 1 дм^3 раствора требуется примерно 25 см^3 кислоты), pH раствора проверяют с помощью pH-метра.

Образцовые растворы фтора.

Раствор А, содержащий 10^{-1} моль/дм^3 фтора; готовят следующим образом: 2,1000 г фтористого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, прибавляют 200 см^3 воды, 100 см^3 ацетатного буферного раствора с pH 5,7—5,9, 9 г сернокислого цинка, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Раствор Б, содержащий 10^{-2} моль/дм^3 фтора; готовят разбавлением раствора А в 10 раз следующим образом: пипеткой отмеривают 50 см^3 раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают 250 см^3 воды, 90 см^3 буферного раствора с pH 5,7—5,9; 8,1 г сернокислого цинка, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Растворы В, Г и Д, содержащие соответственно 10^{-3}, 10^{-4} и 10^{-5} моль/дм^3 фтора; готовят аналогичным образом, соответственно разбавляя растворы Б, В и Г и прибавляя каждый раз 90 см^3 ацетатного буферного раствора с pH 5,7—5,9 и 8,1 г сернокислого цинка на объем 500 см^3.

Образцовые растворы фтора хранят в полиэтиленовых сосудах.

4.5.3. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика в пять сухих стаканов вместимостью по 50 см³ наливают около 30 см³ соответственно образцовых растворов А, Б, В, Г и Д, погружают в раствор измерительный и вспомогательный электроды и, начиная с минимальной концентрации, измеряют потенциал в милливольтах. Во время измерения растворы перемешивают магнитной мешалкой. Отсчет милливольт начинают через 1—5 мин в зависимости от концентрации фтора. Чем меньше концентрация раствора, тем больше времени нужно выждать до момента отсчета.

После каждого измерения электроды просушивают фильтровальной бумагой.

По полученным данным на полулогарифмической или обычной миллиметровой бумаге строят градуировочный график откладывая на оси абсцисс концентрации фтора в моль/дм³ или отрицательный логарифм концентрации фтора соответственно, а на оси ординат — соответствующие им потенциалы в милливольтах.

Две точки градуировочного графика, близкие к рабочему диапазону измерений (10^{-4}—10^{-3} моль/дм³), проверяют ежедневно. При изменении их значений на величину более 2—3 мВ строят новый график.

4.5.4. *Проведение анализа*

0,2 г цинкового купороса, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в сухой стакан вместимостью 50 см³, приливают пипеткой 10 см³ воды и перемешивают раствор с помощью магнитной мешалки до полного растворения пробы. Затем пипеткой приливают 5 см³ ацетатного буферного раствора и 10 см³ воды. Погружают в раствор электроды и при перемешивании через 3—5 мин измеряют потенциал в милливольтах.

После каждого измерения электроды промывают водой (меняя воду) до тех пор, пока потенциал фторидного электрода в промывной воде не достигнет значения, равного потенциалу его в дистиллированной воде.

Допускается отмывку электрода проводить до значения потенциала на 30—40 мВ выше, чем предполагаемый потенциал электрода в анализируемом растворе.

Содержание фтора определяют по градуировочному графику.

4.5.5. *Обработка результатов*

Массовую долю фтора (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 19 \cdot 25 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot (100 - X)},$$

где m — масса навески цинкового купороса, г;

m_1 — масса фтора, найденная по градуировочному графику, моль/дм³;

19 — атомная масса фтора;

25 — объем раствора при измерении, $см^3$;

X — потеря массы при прокаливании, определенная по п. 4.3.4, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля фтора, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,03	0,004
Св. 0,03 » 0,06	0,01
» 0,06 » 0,1	0,02
» 0,1 » 0,3	0,03
» 0,3 » 0,6	0,04

4.6. Определение pH 5 %-ного раствора

4.6.1. *Сущность метода*

Метод основан на потенциометрическом измерении pH с помощью pH-метра.

4.6.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

pH-метр-милливольтметр типов pH-340, pH-341, ЛПМ-60М или других типов.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

4.6.3. *Проведение анализа*

5 г цинкового купороса взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 95 $см^3$ воды и измеряют pH полученного раствора с помощью pH-метра.

4.6.4. *Обработка результатов*

Цинковый купорос считают соответствующим настоящему стандарту, если pH 5 %-ного раствора имеет значение не ниже 4.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2 ед. pH.

4.7. Определение нерастворимого в кислой среде остатка

4.7.1. *Сущность метода*

Метод основан на гравиметрическом определении нерастворимого остатка, полученного при растворении навески пробы в воде с добавлением серной кислоты.

Метод предназначен для определения нерастворимого в кислой среде остатка в цинковом купоросе в интервале массовых долей 0,02—0,2 %.

4.7.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336—82, типа ТФ ПОР16.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 3.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 10 % -ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

4.7.3. *Проведение анализа*

10 г цинкового купороса взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 300 см^3 и растворяют в 100 см^3 воды. Прибавляют 1 см^3 серной кислоты, перемешивают и нагревают при температуре, близкой к кипению, в течение 10 мин, отфильтровывают через стеклянный тигель с пористым дном, предварительно высушенный при 100—105 °С до постоянной массы. Стакан и нерастворившийся остаток промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на сульфат-ион (проба с хлористым барием). Тигель сушат при 100—105 °С до постоянной массы.

4.7.4. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимого в кислой среде остатка (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - X)},$$

где m — масса навески цинкового купороса, г;

m_1 — масса нерастворимого сухого остатка, г;

X — потеря массы при прокаливании, определенная по п. 4.3.4, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля нерастворимого остатка, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,02 до 0,06	0,01
Св. 0,06 » 0,1	0,02
» 0,1 » 0,2	0,03

4.8. Определение массовой доли свинца и кадмия

4.8.1. *Сущность метода*

Метод основан на полярографировании свинца и кадмия на хлоридно-солянокислом фоне при потенциалах пиков минус 0,45 и минус 0,65 В соответственно относительно насыщенного каломельного электрода.

Метод предназначен для определения свинца и кадмия в цинковом купоросе в интервале массовых долей 0,001—0,03 % .

4.8.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Полярограф осциллографический типа ПО-5122 или полярограф переменного тока типа ППТ-1, или полярографы аналогичных типов.

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

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Фоновый раствор электролита; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 1 $дм^3$ помещают 150 г хлористого натрия, 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавляют до 1 $дм^3$ водой и перемешивают.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174—77.

Кадмий по ГОСТ 1467—77, марки КдО.

Свинец по ГОСТ 3778—77, марки СО.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 0,2 % -ный раствор.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Стандартные растворы А свинца и Б кадмия; готовят следующим образом: 0,1 г мелконарезанного свинца и 0,1 г кадмия помещают в две конические колбы вместимостью 250 $см^3$, растворяют при нагревании в 30 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1 : 3, и выпаривают до влажного остатка, прибавляют 10 $см^3$ соляной кислоты и снова выпаривают почти досуха; выпаривание с 10 $см^3$ соляной кислоты повторяют еще два раза; к остатку прибавляют соляную кислоту, разбавленную 1 : 1, нагревают до растворения соли, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 1 $дм^3$, разбавляют до метки этой же кислотой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг свинца; 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг кадмия.

Цинк по ГОСТ 3640—79, марок ЦВ или ЦО, металлический порошок или тонкая стружка.

Цинковый электролит; готовят следующим образом: 200 г семиводного сернокислого цинка растворяют в 500 $см^3$ воды, прибавляют 20 $см^3$ соляной кислоты, 45—50 г металлического цинка и перемешивают в течение 30 мин (очистка от примесей свинца и кадмия). Раствор фильтруют через пористый стеклянный фильтр № 2 (на фильтр добавляют около 2 г порошка цинка) без создания разряжения.

10 $см^3$ фильтрата выпаривают досуха и проводят определение свинца и кадмия по п. 4.8.3. При наличии этих элементов в растворе фильтрат переливают в колбу, в которой проводили цементацию примесей, добавляют 10 $см^3$ соляной кислоты и очистку цинком повторяют. После очистки и фильтрования в раствор добавляют 300 г хлористого натрия, разбавляют водой до объема 2 $дм^3$ и перемешивают.

Растворы сравнения свинца и кадмия; готовят (только необходимые) следующим образом: в конические колбы вместимостью по 100 см³ отмеривают в соответствии с табл. 5 стандартные растворы свинца и кадмия, затем выпаривают до влажного остатка, прибавляют по 30—40 см³ цинкового электролита, нагревают до полного растворения, охлаждают, после этого переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³, разбавляют до метки цинковым электролитом и перемешивают.

Таблица 5

Объем стандартного раствора, см³		Концентрация в растворе сравнения, мг/дм³	
А свинца	Б кадмия	свинца	кадмия
0,5	0,5	0,5	0,5
0,5	1,5	0,5	1,5
1,0	3,0	1,0	3,0
1,0	5,0	1,0	5,0
2,0	4,0	2,0	4,0
3,0	7,0	3,0	7,0
5,0	10,0	5,0	10,0

При необходимости могут быть приготовлены и использованы растворы с другими содержаниями свинца и кадмия.

4.8.3. *Проведение анализа*

2—5 г цинкового купороса, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют при нагревании в 30 см³ фонового электролита, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют до метки фоновым электролитом и перемешивают.

Раствор заливают в электролизер и проводят полярографирование свинца и кадмия, соответственно при потенциалах пиков около минус 0,45 и минус 0,65 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Полярографирование с применением осциллографического полярографа проводят при начальном напряжении минус 0,3 В, конечном — минус 0,9 В, скорости подачи напряжения 0,25—0,5 В/с, периоде капания ртути 5—6 с, задержке 4—5 с, схеме прибора «дифференциальная 1—3» и оптимальных значениях диапазона тока.

При использовании полярографа постоянного тока в растворы перед полярографированием добавляют желатин (2 см³ на 50 см³) и в течение 5 мин пропускают азот.

Полярографирование с применением полярографа переменного тока проводят при периоде капания ртути 2,5—3 с и оптимальных значениях диапазона тока.

В аналогичных условиях проводят полярографирование растворов контрольного опыта и растворов сравнения свинца и кадмия.

С целью уменьшения погрешности анализа для расчетов берут такие высоты пиков (волн) свинца и кадмия в растворах сравнения, чтобы значения их в пределах (0±8) % совпадали с высотами пиков (волн) свинца и кадмия в анализируемых растворах.

4.8.4. *Обработка результатов*

Массовую долю свинца (кадмия) (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(H-h)\cdot V\cdot 100}{K\cdot m\cdot 10000\cdot(100-X)},$$

где m — масса навески цинкового купороса, г;

H — высота волны определяемого элемента в анализируемом растворе пробы, мм;

h — высота волны определяемого элемента в контрольном опыте, мм;

V — объем мерной колбы для разбавления раствора пробы, см^3;

K — коэффициент пересчета, найденный при делении высоты волны элемента на его концентрацию в растворе сравнения, мм/мг/дм^3;

X — потеря массы при прокаливании, определенная по п. 4.3.4, % .

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля свинца (кадмия), %	Допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,002	0,0003
Св. 0,002 » 0,004	0,0005
» 0,004 » 0,006	0,0007
» 0,006 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,02	0,002
» 0,02 » 0,03	0,003

4.8.5. Допускается определять массовую долю свинца и кадмия атомно-абсорбционным методом в соответствии с приложением или другими, не уступающими по точности стандартным.

При разногласии в оценке определения массовой доли свинца и кадмия определение проводят полярографическим методом.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

4.9. Спектрографическое определение массовой доли меди, никеля, железа, марганца, кальция и магния

4.9.1. *Сущность метода*

Метод основан на испарении цинкового купороса из кратера графитового электрода в дуге переменного тока.

Метод предназначен для определения меди , никеля, железа, марганца, кальция и магния в цинковом купоросе при массовых долях в процентах:

меди	— от	0,0005 до 0,04;
никеля	— »	0,001 » 0,03;
железа	— »	0,008 » 0,2;
марганца	— »	0,006 » 1,0;
кальция	— »	0,005 » 0,5;
магния	— »	0,005 » 1,5.

4.9.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 или СТЗ-1 (первый порядок) с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем или спектрограф кварцевый средней дисперсии любого типа с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем или другие приборы, обладающие необходимой точностью.

Генератор дуги переменного тока типов ДГ-2, ИВС-20, ИВС-28.

Микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2 или другого типа аналогичного назначения.

Печь муфельная с терморегулятором, позволяющая получать температуру до 500 °С.

Шкаф сушильный.

Электроплитка по ГОСТ 14919—83.

Ступка яшмовая или из органического стекла с пестиком или виброистиратель любого типа, изготовленный из материалов, не загрязняющих пробу определяемыми элементами.

Подставка для графитовых электродов из нержавеющей стали, титана или алюминия.

Станок для заточки графитовых электродов.

Электроды из графитовых стержней марки В-3, С-2 или ОС.Ч.-7-4 диаметром 6 мм с кратером диаметром 4 мм, глубиной 2 мм и сквозным поперечным отверстием диаметром 0,6—0,7 мм в нижней части кратера (разрешается использовать графитовые электроды с размером кратера диаметром 4,5 мм, глубиной 2 мм со стержнем диаметром 1 мм в центре кратера).

Контрэлектроды из графитовых стержней марки В-3, С-2 или ОС.Ч.-7-4, заточенные на усеченный конус с площадкой 1,5—2 мм.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463—79 или полученный из графитовых стержней марки В-3, С-2 или ОС. Ч.-7-4.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Кобальта окись-закись по ГОСТ 4467—79.

Фотопластинки «спектрографические» типов I, II или ЭС размером 13×18 и 9×12 см.

Проявитель метолгидрохиноновый, состоящий из двух растворов, которые перед проявлением смешивают в отношении 1 : 2.

Раствор 1

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72	до 1 дм³
калий углекислый по ГОСТ 4221—76	30 г

Раствор 2

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72	до 2 дм³
метол по ГОСТ 25664—83	6 г
гидрохинон по ГОСТ 19627—74	15 г
натрий сернистокислый безводный (сульфит натрия) по ГОСТ 195—77	90 г
калий бромистый по ГОСТ 4160—74	6 г.
Фиксаж кислый следующего состава:	
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72	до 2 дм³
натрий серноватистокислый по ГОСТ 244—76	500 г
аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72	100 г

Допускается применять контрастный проявитель и фиксаж другого состава.

Градуировочные образцы. При анализе используют стандартные образцы состава цинкового купороса (комплект) ГСО 1704—79—1709—79.

Буферная смесь. Для приготовления 50 г буферной смеси в навеску графитового порошка массой 47,9325 г вводятся компоненты в количествах, указанных в табл. 7.

Таблица 7

Наименование компонента	Массовая доля компонента, %	Масса навески, г
Кобальт (в виде Co_3O_4)	0,1	0,0681
Натрий хлористый	4	2,0000

Для равномерного распределения примесей взятые навески соединений вначале перемешивают с небольшим количеством порошкового графита (около 1 г), затем тщательно перемешивают с остатком навески графита.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.9.3. *Проведение анализа*

2—3 г пробы цинкового купороса помещают в фарфоровый тигель или чашку и прокаливают в муфельной печи при 350—400 °С в течение 1 ч. Пробы и градуировочные образцы смешивают с бу-

ферной смесью в отношении 1 : 5, набивают в графитовые электроды и подсушивают на электроплитке или в сушильном шкафу при 100 °С для предотвращения выброса пробы в первый момент горения дуги.

Подготовленные таким образом пробы и градуировочные образцы сжигают в дуге переменного тока силой 16А. Электроды устанавливают в штативе вертикально на расстоянии 2,5—3,0 мм друг от друга. Экспозиция —2 мин. Спектры фотографируют при помощи дифракционного спектрографа через трехступенчатый ослабитель на фотопластинках типа I, ЭС или II размером 13×18 см. Ширина щели спектрографа 0,025 мм.

(Разрешается фотографировать спектры при помощи кварцевого спектрографа средней дисперсии на фотопластинках типа I, ЭС или II размером 9×12 см через трехступенчатый ослабитель. Ширина щели спектрографа 0,013 мм).

Промежуточную диафрагму подбирают с учетом того, чтобы почернение фона не превышало 0,4—0,5.

Для определения примесей в указанном диапазоне массовых долей используют следующие пары линий (длины волн в нм), указанных в табл. 8.

Таблица 8

Линия примеси	Линия сравнения	Диапазон массовых долей примесей, %
Fe I 302,0	Co I 298,9	0,008 — 0,2
Ca II 317,9	Co I 314,7	0,005 — 0,5
Mg I 277,9	Co I 298,9	0,005 — 1,5
Mn II 294,9	Co I 298,9	0,006 — 0,1
Mn I 321,3	Co I 314,7	0,02 — 1,0
Ni I 300,2	Co I 298,9	0,001 — 0,03
Cu I 327,4	Co I 314,7	0,0005—0,04

4.9.4. *Обработка результатов*

При определении содержания примесей на микрофотометре измеряют почернения аналитических линий определяемых элементов ($S_{л.пр}$) и элемента сравнения ($S_{л.ср}$) и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{л.пр} - S_{л.ср}$. Затем находят среднее значение ΔS по трем спектрам и строят градуировочные графики в координатах ΔS—$\lg C$, где C — массовая доля определяемого элемента в градуировочных образцах в процентах. По полученным градуировочным графикам находят массовые доли примесей в пробе.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, полученных по трем спектрограммам

каждое, на двух фотопластинках, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 9.

Таблица 9

Определяемый элемент	Массовая доля примесей, %	Допускаемое расхождение, %
Железо	От 0,008 до 0,02	0,002
	Св. 0,02 » 0,04	0,006
	» 0,04 » 0,1	0,01
	» 0,1 » 0,2	0,03
Кальций	От 0,005 до 0,01	0,002
	Св. 0,01 » 0,02	0,003
	» 0,02 » 0,05	0,005
	» 0,05 » 0,1	0,01
	» 0,1 » 0,2	0,03
	» 0,2 » 0,5	0,05
Магний	От 0,005 до 0,01	0,002
	Св. 0,01 » 0,02	0,003
	» 0,02 » 0,05	0,006
	» 0,05 » 0,1	0,02
	» 0,1 » 0,2	0,03
	» 0,2 » 0,5	0,06
	Св. 0,5 до 1,0	0,2
	» 1,0 » 1,5	0,3
Марганец	От 0,006 до 0,01	0,002
	Св. 0,01 » 0,02	0,003
	» 0,02 » 0,05	0,006
	» 0,05 » 0,1	0,02
	» 0,1 » 0,2	0,03
	»0,2 » 0,5	0,06
	» 0,5 » 1,0	0,2
Медь	От 0,0005 до 0,001	0,0002
	Св. 0,001 » 0,003	0,0003
	» 0,003 » 0,01	0,0009
	» 0,01 » 0,02	0,003
	» 0,02 » 0,04	0,006
Никель	От 0,001 до 0,003	0,0002
	Св. 0,003 » 0,01	0,0006
	» 0,01 » 0,03	0,002

4.9.5. Допускается определять массовую долю указанных выше элементов атомно-абсорбционным методом в соответствии с приложением или другими методами, не уступающими по точности стандартным.

При разногласии в оценке определения массовой доли меди, никеля, железа, марганца, кальция и магния определение проводят спектрографическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.10. Определение массовой доли растворимой двуокиси кремния

4.10.1. *Сущность метода*

Метод основан на образовании молибденовой сини при восстановлении кремнемолибденовой гетерополикислоты аскорбиновой кислотой и измерении оптической плотности окрашенного комплекса.

Метод предназначен для определения двуокиси кремния в цинковом купоросе в интервале массовых долей от 0,02 до 0,2 % .

4.10.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Фотоэлектроколориметры типов ФЭК-56М, ФЭК-Н-57 или ФЭК-60.

Печь муфельная с терморегулятором, позволяющая получать температуру 1100 °С.

Тигли из платины по ГОСТ 6563—75.

Чашки плоскодонные из платины по ГОСТ 6563—75.

Кислота аскорбиновая по нормативно-технической документации, 1 % -ный раствор, свежеприготовленный.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 5 % -ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 4 % -ный раствор и раствор 4 моль/дм^3 (8 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия гидроокись, 5 % -ный раствор (хранят в пластмассовой посуде).

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 5 % -ный раствор, свежеприготовленный.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 и 1 % -ный раствор; готовят следующим образом: 10 г углекислого натрия сплавляют в платиновой чашке при 1000 °С, охлажденный расплав выщелачивают водой, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Фенолфталеин (индикатор) 0,1 % -ный спиртовой раствор.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Стандартные растворы двуокиси кремния.

Раствор А, содержащий 0,1 мг двуокиси кремния в 1 см^3; готовят следующим образом: 0,1 г прокаленной при 1000 °С двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 3 г безводного углекислого натрия; выщелачивают плав 300 см^3 воды; переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки раствором углекислого натрия и перемешивают; раствор устойчив в течение месяца; хранят в пластмассовой посуде.

Раствор Б, содержащий 0,01 мг двуокиси кремния в 1 см^3; готовят следующим образом; 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки раствором углекислого натрия и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.10.3. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы. В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б и прибавляют в каждую колбу до 5 см³ раствора углекислого натрия. В отдельной колбе нейтрализуют по фенолфталеину 5 см³ раствора углекислого натрия 4 % -ной серной кислотой. Количество кислоты, израсходованное на нейтрализацию, и избыток ее 6 см³ приливают в мерные колбы. Разбавляют водой до 50 см³, приливают 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 5 мин для образования желтого комплекса кремнемолибденовой гетерополикислоты. Затем добавляют 1 см³ раствора винной кислоты, 13 см³ раствора серной кислоты 4 моль/дм³, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты и разбавляют водой до метки. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов по отношению к воде на фотоэлектроколориметре с применением красного светофильтра при длине волны около 656 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержащиеся в образцовых растворах количества кремнекислоты в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

4.10.4. *Проведение анализа*

1 г цинкового купороса взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в воде с добавлением 5 см³ 4 % -ного раствора серной кислоты. Переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», предварительно промытый 2—3 раза 4 % -ной серной кислотой и 2—3 раза водой; первые порции фильтрата отбрасывают. Аликвотную часть фильтрата, взятую с таким расчетом, чтобы в ней было 0,01—0,05 мг двуокиси кремния, помещают в платиновую чашку и разбавляют до 30 см³ водой, затем нейтрализуют по фенолфталеину раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия и дают избыток его 10 см³, разбавляют до 50 см³ водой и нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин. Раствор охлаждают, прибавляют 4 % -ный раствор серной кислоты, необходимый для нейтрализации щелочи, избыток его 6 см³ и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³.

Количество серной кислоты, необходимое для нейтрализации щелочи, устанавливают из отдельного опыта. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см³ вводят столько же раствора гидроокиси натрия, сколько его пошло на нейтрализацию аликвотной части анализируемого раствора, и дают избыток 10 см³. Раз-

бавляют водой до 50 см³, прибавляют 2—3 капли фенолфталеина и титруют 4 % -ной серной кислотой до обесцвечивания.

Раствор в мерной колбе разбавляют до 50 см³, приливают 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и далее проводят анализ по п. 4.10.3.

Массу кремнекислоты в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта.

4.10.5. *Обработка результатов*

Массовую долю двуокиси кремния (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{V \cdot m \cdot (100 - X) \cdot 1000},$$

где m — масса навески цинкового купороса, г;

m_1 — масса двуокиси кремния, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем аликвотной части раствора, взятый для фотометрирования, см³;

X — потеря массы при прокаливании, определенная по п. 4.3.4, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 10.

Таблица 10

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,02 » 0,05	0,005
Св. 0,05 » 0,1	0,01
» 0,1 » 0,2	0,02

4.11. Определение массовой доли мышьяка

4.11.1. *Сущность метода*

Метод основан на образовании молибденовой сини при восстановлении мышьяковомолибденовой гетерополикислоты гидразином и измерении оптической плотности окрашенного комплекса.

Мышьяк предварительно отделяют экстракцией в виде йодида из солянокислой среды.

Метод предназначен для определения мышьяка в цинковом купоросе в интервале массовых долей 0,0005—0,003 %.

4.11.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Фотоэлектроколориметры типов ФЭК-56М, ФЭК-Н-57 и ФЭК-60.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 3 моль/дм^3 (6 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см^3 (проверка по ареометру обязательна), очищенная от мышьяка следующим образом: в 500 см^3 соляной кислоты растворяют 10 г йодистого калия; раствор переносят в делительную воронку вместимостью 1 дм^3, прибавляют 25 см^3 четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин, дают отстояться и органический слой отбрасывают. Экстракцию четыреххлористым углеродом повторяют; очищают кислоту в день применения.

Кислота соляная, раствор 9 моль/дм^3; готовят из очищенной от мышьяка соляной кислоты разбавлением водой 3 : 1.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 10 % -ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 1 % -ный раствор в растворе серной кислоты 3 моль/дм^3 (6 н.).

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, 0,15 % -ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,1 % -ный раствор.

Титан треххлористый по ГОСТ 311—78.

Фенолфталеин (индикатор) 0,1 % -ный спиртовой раствор.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973—77.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А, содержащий 0,1 мг мышьяка в 1 см^3; готовят следующим образом: 0,1320 г мышьяковистого ангидрида растворяют при нагревании в 5—10 см^3 раствора гидроокиси натрия; переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, нейтрализуют по фенолфталеину раствором серной кислоты 3 моль/дм^3 (6 н.), разбавляют до метки водой и перемешивают.

Раствор Б, содержащий 0,005 мг мышьяка в 1 см^3; готовят следующим образом: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.11.3. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы. В делительные воронки вместимостью 250 см^3 помещают 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0,000; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020 и 0,025 мг мышьяка и разбавляют водой до 20 см^3. Прибавляют по каплям раствор треххлористого титана до сиреневой окраски раствора и дают избыток его 0,2 см^3.

Прибавляют около 80 см^3 соляной кислоты, чтобы кислотность раствора была не ниже 9 моль/дм^3, 20 см^3 четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. Дают отстояться и слива-

ют органический слой в другую делительную воронку. Экстракцию 20 см³ четыреххлористого углерода повторяют. Экстракты объединяют и промывают 5—10 см³ раствора соляной кислоты 9 моль/дм³, встряхивая в делительный воронке в течение 15—20 с.

Промытый экстракт сливают в другую делительную воронку, где встряхивают в течение 2 мин с 10 см³ воды. При этом мышьяк переходит в водный слой. Извлечение мышьяка 10 см³ воды повторяют. Объединенные водные слои сливают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски раствора. Через 3—5 мин прибавляют 1 см³ раствора молибденовокислого аммония и нагревают до кипения. Добавляют по каплям раствор сернокислого гидразина до обесцвечивания раствора и избыток его 0,1 см³, кипятят 3—5 мин, охлаждают и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см³. Разбавляют до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов по отношению к воде на фотоэлектроколориметре с применением красного светофильтра при длине волны 650—680 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержащиеся в образцовых растворах количества мышьяка в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

4.11.4. *Проведение анализа*

1 г цинкового купороса взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 20 см³ воды. Прибавляют по каплям раствор треххлористого титана до сиреневой окраски раствора и дают избыток его 0,2 см³. Переводят раствор в делительную воронку, прибавляют 80 см³ соляной кислоты и далее анализ проводят по п. 4.11.3.

Массу мышьяка в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта.

4.11.5. *Обработка результатов*

Массовую долю мышьяка (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - X) \cdot 1000},$$

где m — масса навески цинкового купороса, г;

m_1 — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, мг;

X — потеря массы при прокаливании, определенная по п. 4.3.4, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 11.

Таблица 11

Массовая доля мышьяка, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,0005 до 0,001	0,0001
Св. 0,001 » 0,003	0,0003

4.12. Определение гранулометрического состава

4.12.1. *Аппаратура*

Сита с сетками № 05К, 025К по ГОСТ 6613—86.

Встряхиватель механический марки 162Т-ГР или любой другой марки.

4.12.2. *Проведение анализа*

Сухие и чистые сита укладывают по возрастающему размеру ячеек одно над другим; поддон помещают под нижним ситом.

100 г продукта взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, высыпают на верхнее сито и закрывают его крышкой.

Приготовленный таким образом набор сит помещают на встряхиватель и включают его. Время рассева составляет 20 мин.

По окончании рассева отдельные фракции высыпают из сит, начиная с сита с большими ячейками. Содержимое на сите осторожно встряхивают на одну сторону и пересыпают на кальку при легком постукивании по стенке сита. Полученную фракцию взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

4.12.3. *Обработка результатов*

Массовую долю остатка на сетке отдельной фракции (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{m_n \cdot 100}{m},$$

где m_n — масса данной фракции, г;

m — масса анализируемого продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 %.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Цинковый купорос упаковывают в специализированные контейнеры типов СК-2—5, СК-3—1,5, изготовленные по нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке, или пятислойные бумажные мешки марок БМ, ВМ, ВМБ по ГОСТ 2226—88 или мешки по другой нормативно-технической документации по прочностным характеристикам, не уступающим требованиям ГОСТ 2226—88.

Допускается по согласованию изготовителя с потребителем упаковывать цинковый купорос в мягкие контейнеры разового использования типа МКР-1,0М с 15 апреля по 15 октября или МКР-1,0С, изготовленные по нормативно-технической документации.

Для комбикормовой промышленности цинковый купорос упаковывают в двойные мешки (внутренний — полиэтиленовый по ГОСТ 17811—78, наружный — бумажный пятислойный марок БМ, ВМБ, ВМ по ГОСТ 2226—88) или мешки по другой нормативно-технической документации, не уступающей требованиям ГОСТ 2226—88.

При упаковывании цинкового купороса в мешки масса нетто не должна быть более 50 кг, для производства комбикормов — не более 25 кг.

Температура цинкового купороса при упаковывании в бумажные мешки должна быть не более 65 °С, в полиэтиленовые мешки — не более 60 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.2. Горловины открытых бумажных мешков и вкладышей зашиваются машинным способом, внутренних полиэтиленовых мешков — закрываются ручным способом.

5.3. Транспортная маркировка по ГОСТ 14192—77 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—88 класс 9, подкласс 9, 2 и следующих дополнительных данных, характеризующих продукт:

наименования продукта;

номера партии;

массы нетто;

даты изготовления;

обозначения настоящего стандарта.

Цинковый купорос, предназначенный для экспорта, упаковывают и маркируют в соответствии с заказ-нарядом Внешнеторгового объединения.

5.4. Цинковый купорос транспортируют всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Железнодорожным транспортом цинковый купорос транспортируется повагонными отправками.

Цинковый купорос, упакованный в контейнеры, транспортируют открытым железнодорожным подвижным составом. Размещение контейнеров на открытом подвижном составе должно осуществляться в соответствии с техническими условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения СССР.

Транспортирование мягких контейнеров должно проводиться без перегрузок в пути следования, с погрузкой и выгрузкой на подъездных путях грузовладельца.

Цинковый купорос, упакованный в мешки, транспортируется в пакетах в соответствии с Правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида. Масса пакета — не более 1000 кг. Размеры пакета — по ГОСТ 24597—81. При пакетировании должны использоваться плоские деревянные поддоны по ГОСТ 9557—87 или по ГОСТ 26381—84, ящичные стоечные поддоны по ГОСТ 9570—84 или по нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке.

Средства скрепления пакетов — по ГОСТ 21650—76. Допускается использование других средств пакетирования и скрепления пакетов, обеспечивающих прочность пакета при транспортировании.

Транспортирование цинкового купороса автомобильным транспортом допускается по согласованию изготовителя с потребителем без применения транспорных пакетов.

5.5. Цинковый купорос хранят в мешках в крытых складских помещениях, в контейнерах — на открытых площадках при условии обеспечения требований пп. 1.1—1.6 настоящего стандарта.

5.3—5.5. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие цинкового купороса требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения цинкового купороса — пять лет со дня изготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ КАЛЬЦИЯ, МАГНИЯ, МАРГАНЦА, МЕДИ, ЖЕЛЕЗА, СВИНЦА, НИКЕЛЯ, КАДМИЯ.

1. Атомно-абсорбционный метод определения массовой доли кальция, магния и марганца

1.1 Сущность метода

Метод основан на измерении величины поглощения линий кальция 422,7, магния 285,2, марганца 279,5; 279,8; 280,1 нм при введении растворов проб и стандартных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя.

Настоящий метод предназначен для определения массовой доли кальция, магния и марганца в цинковом купоросе при массовой доле их от 0,005 до 0,5 %.

1.2 Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки.

Воздух, сжатый под давлением 2×10^5—6×10^5 Па в зависимости от используемой аппаратуры.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

Весы лабораторные.

Шкаф сушильный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Печь муфельная с терморегулятором, позволяющая получить температуру до 800 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1 : 4.

Кальций углекислый по ГОСТ 4330—76, чистотой не ниже ч. д. а.

Магния окись по ГОСТ 4526—75, чистотой не ниже ч. д. а.

Марганец по ГОСТ 6008—82, марки не ниже МрО.

Цинк сернокислый, 7-водный, ОСЧ.

Лантан хлористый. Раствор, содержащий 5 г/дм³ лантана, готовят растворением 8,9 г хлористого лантана в дистиллированной воде.

Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Растворы кальция, магния и марганца. *Раствор А* готовят следующим образом: высушенный в сушильном шкафу при температуре 100—110 °С до постоянной массы углекислый кальций массой 0,25 г растворяют в 10 см³ соляной кислоты.

Окись магния перед взятием навески прокаливают в муфельной печи при температуре 600—700 °С до постоянной массы, охлаждают, берут навеску массой 0,166 г и растворяют в 10 см³ соляной кислоты.

0,1 г металлического марганца растворяют в 20 см³ соляной кислоты. Полученные растворы переводят в одну мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит по 100 мкг кальция, магния и марганца.

Раствор Б. 20 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит до 10 мкг кальция, магния и марганца.

Растворы для построения градуировочного графика с содержанием кальция, магния и марганца по 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 мкг/см³ готовят в 2 сериях из растворов А и Б в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая концентрация кальция, магния, и марганца в стандартном растворе для построения градуировочного графика, мкг/см³	Объем стандартного раствора, см³		Объем стандартного раствора для построения градуировочного графика, см³
	А	Б	
0,5	—	10	200
1,0	—	20	200
2,0	—	40	200
4,0	10	—	250
6,0	15	—	250
8,0	20	—	250
10,0	20	—	200

Первая серия растворов для построения градуировочного графика необходима для определения примесей в интервале массовых долей от 0,005 до 0,1 %. Для приготовления ее в каждую колбу переносят в соответствии с табл. 1 необходимые количества растворов А и Б, по 15 см³ раствора соляной кислоты 1 : 4 и 1,80 г сернокислого цинка в расчете на каждые 100 см³ объема.

Вторая серия стандартных растворов для построения градуировочного графика необходима для определения примесей в интервале массовых долей от 0,1 до 0,5 %. Для ее приготовления в каждую колбу вносят необходимое количество растворов А или Б, согласно табл. 1, по 15 см³ раствора соляной кислоты 1 : 4 и по 0,36 г сернокислого цинка на каждые 100 см³ объема.

2. Проведение анализа

3—5 г цинкового купороса прокаливают в муфельной печи при температуре 350—400 °С в течение 1 ч. 1,000 г прокаленного цинкового купороса помещают в коническую колбу и растворяют при нагревании в 15 см³ раствора соляной кислоты 1 : 4. Раствор охлаждают до комнатной температуры и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, в которую предварительно внесен раствор хлористого лантана в соответствии с табл. 2, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Лантан добавляют для исключения влияния алюминия, который содержится в некоторых пробах и снижает результаты определения магния и кальция.

Таблица 2

Массовая доля алюминия в цинковом купоросе, %	Объем добавляемого раствора лантана, см³	Объем полученного раствора, см³
До 0,1	0,6	100
От 0,1 до 0,2	1,2	100
» 0,2» 0,5	3,0	100
»0,5» 1,0	6,0	100

Одновременно с пробами для учета чистоты используемых реактивов готовят контрольный опыт в двух параллельных.

Полученные растворы и растворы для построения градуировочного графика 1-ой серии распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют величину

поглощения линии кальция 422,7, магния 285,2, марганца 279,5; 279,8; 280,1 нм на атомно-абсорбционном спектрофотометре.

При содержании определенного элемента в пробе более 0,1 % пробу разбавляют. Для этого 20 см³ анализируемого раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 15 см³ раствора соляной кислоты 1 : 4, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Разбавленные растворы проб анализируют по растворам 2-й серии.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором. Используют два способа измерения величины поглощения в зависимости от модели прибора. На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают либо в режиме «концентрация» и результат получают на табло в мкг/см³, либо в режиме «поглощение» методом, «ограничивающих растворов» или по градуировочному графику. На остальных спектрофотометрах работают в режиме «поглощение» с записью на самопишущем потенциометре или со снятием показателей по стрелочному или цифровому прибору. Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для анализируемого раствора и двух стандартных растворов, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для анализируемого раствора.

3. Обработка результатов

3.1. Если измерение проводят на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют высоту пиков в мм и строят градуировочный график в координатах: c — концентрация определяемого элемента в градуировочном растворе, мкг/см³, L — высота пиков, мм. При измерении поглощения линии определяемого элемента по стрелочному и цифровому прибору градуировочный график строят в координатах: c — концентрация определяемого элемента в градуировочном растворе, мкг/см³, N — показания стрелочного или цифрового прибора. Полученный результат в мкг/см³ пересчитывают для получения результата в процентах по формуле

$$c = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot 1000} \cdot 100,$$

где m_1 — массовая концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе, мкг/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса пробы, мг;

1000 — коэффициент пересчета мг в мкг. При разбавлении пробы полученный результат необходимо умножить на 5.

При расчетах необходимо учесть контрольный опыт, если содержание кальция, магния и марганца в нем сравнимо с содержанием их в анализируемом растворе.

Если содержание кальция, магния и марганца в контрольном опыте значительно меньше содержания их в пробе цинкового купороса, то контрольным раствором пренебрегают.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

3.2. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями, рассчитанные для доверительной вероятности $P = 0{,}95$, не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля элемента, %	Допускаемое расхождение, %	Массовая доля элемента, %	Допускаемое расхождение, %
Кальций		Магний и марганец	
От 0,005 до 0,01	0,002	От 0,005 до 0,01	0,002
Св. 0,01 » 0,02	0,003	Св. 0,01 » 0,02	0,003
» 0,02 » 0,05	0,005	» 0,02 » 0,05	0,006
» 0,05 » 0,1	0,01	» 0,05 » 0,1	0,02
» 0,1 » 0,2	0,02	» 0,1 » 0,2	0,03
» 0,2 » 0,5	0,05	»0,2 » 0,5	0,06

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. Атомно-абсорбционный метод определения массовой доли меди, железа, свинца, никеля и кадмия

4.1. Сущность метода.

Метод основан на измерении величины поглощения линий меди 324,7 нм, железа 248,3 нм, свинца 283,3 нм, никеля 232,0 нм, кадмия 228,3 нм при введении растворов проб и градуировочных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя.

Настоящий метод предназначен для определения в цинковом купоросе массовой доли меди — от 0,0005 до 0,01 %, железа — от 0,005 до 0,1 %, свинца и кадмия — от 0,001 % до 0,02 %, никеля — от 0,002 до 0,01 %.

4.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па (5—6 атм) в зависимости от используемой аппаратуры.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Печь муфельная с терморегулятором, позволяющая получить температуру до 800 °С.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и раствор 1 : 3.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 и раствор 1 : 4.

Свинец по ГОСТ 3778—77.

Кадмий по ГОСТ 1467—77.

Медь по ГОСТ 859—78.

Железо, полученное карбонильным способом.

Никель по ГОСТ 849—70.

Раствор А меди. 1,000 г меди растворяют в 20 см³ царской водки, раствор выпаривают досуха и остаток растворяют в 20 см³ соляной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг меди.

Раствор Б железа. 1,000 г металлического восстановленного железа растворяют в 10 см³ соляной кислоты и, нагревая, добавляют 2—3 капли азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 1 мг железа.

Раствор В свинца. 1,000 г металлического свинца растворяют в 40 см³ азотной кислоты 1 : 3. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают, 1 см³ раствора содержит 1 мг свинца.

Раствор Г никеля. 1,000 г металлического никеля растворяют в 15 см³ «царской водки» и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 1 мг никеля.

Раствор Д кадмия. 1,000 г металлического кадмия растворяют в 10 см³ соляной кислоты и, нагревая, добавляют несколько капель азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 1 мг кадмия.

Из растворов А, Б, В, Г, Д определяемых элементов методом последовательного разбавления каждого в соотношении 1 : 10, 1 : 100 и 1 : 1000 готовят вспомогательные растворы, содержащие по 100, 10 и 1 мкг/см³ каждого элемента соответственно (раствор с содержанием определяемого элемента 1 мкг/см³ готовят для меди, кадмия и никеля).

Градуировочные растворы готовят в соответствии с табл. 4. Градуировочные растворы готовят в мерных колбах вместимостью 100 см³, куда вносят 15 см³ раствора соляной кислоты.

Таблица 4

Содержание определяемого элемента в градуировочном растворе, мкг/см³	Количество вспомогательного раствора, см³, необходимое для приготовления градуировочных растворов концентрации, мкг/см³									
	Медь		Кадмий		Никель		Железо		Свинец	
	1	10	1	10	1	10	10	100	1	10
0,1	10,0	—	10,0	—	—	—	—	—	—	—
0,2	—	—	—	—	20,0	—	—	—	—	—
0,5	—	5,0	—	5,0	—	5,0	—	—	—	5,0
1	—	10,0	—	10,0	—	10,0	10,0	—	—	10,0
2	—	20,0	—	20,0	—	—	20,0	—	—	20,0
4	—	—	—	—	—	—	—	4,0	—	—
6	—	—	—	—	—	—	—	6,0	—	—
8	—	—	—	—	—	—	—	8,0	—	—
10	—	—	—	—	—	—	—	10,0	—	—

5. Проведение анализа

3—12 г цинкового купороса в зависимости от величины навески прокаливают в муфельной печи при температуре 350—400 °С в течение 1 ч. 1,000—5,000 г прокаленного цинкового купороса в зависимости от величины определяемых элементов, указанных в таблице, помещают в коническую колбу и растворяют при нагревании в 15—20 см³ раствора соляной кислоты, упаривают до влажных солей, наливают 15 см³ раствора соляной кислоты и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³.

При разложении проб готовят контрольный опыт в двух параллельных для учета чистоты используемых реактивах.

Анализируемые растворы и растворы для построения градуировочного графика распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют величину поглощения линии:

меди —324,7 нм, железа —248,3 нм, свинца —283,3 нм, никеля —232,0 и кадмия —228,3 нм на атомно-абсорбционном спектрофотометре.

Измерения проводят в восстановительном режиме, используя в качестве рабочей зоны пламени участок, прилегающий к голубому конусу, по методу, изложенному в п. 1.3.

6. Обработка результатов

6.1. Обработку результатов проводят в соответствии с п. 1.4.1.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

6.2. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %
Медь	От 0,0005 до 0,001	0,0001
	Св. 0,001 » 0,002	0,0002
	» 0,002 » 0,005	0,0003
	» 0,005 » 0,01	0,0005
Железо	От 0,005 до 0,01	0,001
	Св. 0,01 » 0,02	0,002
	» 0,02 » 0,05	0,004
	»0,05 » 0,1	0,007
Свинец	От 0,001 до 0,002	0,0002
	Св. 0,002 » 0,005	0,0004
	» 0,005 » 0,01	0,001
	» 0,01 » 0,02	0,002
Никель	От 0,002 до 0,005	0,0003
	Св. 0,005 » 0,01	0,0007
Кадмий	От 0,001 до 0,002	0,0002
	Св. 0,002 » 0,005	0,0003
	» 0,005 » 0,01	0,0005
	» 0,01 » 0,02	0,001

Разд. 4 (Введен дополнительно, Изм. № 3).

Приложение 2. (Исключено, Изм. № 3)

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. И. Зеленская, Л. М. Шмурыгина, Л. Е. Вохрышева, В. Н. Макарцева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.12.82 № 5047

3. Периодичность проверки —5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 8723—75

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 12.1.005—88	2.3, 2.8	ГОСТ 3778—77	4.8.2, Приложение
ГОСТ 12.1.007—76	2.1, 2.3.1	ГОСТ 4108—72	4.7.2
ГОСТ 12.4.021—75	2.8	ГОСТ 4160—74	4.9.2
ГОСТ 12.4.028—76	2.11	ГОСТ 4174—77	4.5.2, 4.8.2
ГОСТ 12.3.009—76	2.14	ГОСТ 4204—77	4.3.2, 4.4.2, 4.7.2, 4.10.2, 4.11.2
ГОСТ 61—75	4.3.2, 4.5.2		
ГОСТ 83—79	4.10.2	ГОСТ 4221—76	4.9.2
ГОСТ 195—77	4.9.2	ГОСТ 4232—74	4.11.2
ГОСТ 244—76	4.9.2	ГОСТ 4233—77	4.4.2, 4.8.2, 4.9.2
ГОСТ 311—78	4.11.2	ГОСТ 4328—77	4.10.2, 4.11.2
ГОСТ 849—70	Приложение	ГОСТ 4330—76	Приложение
ГОСТ 859—78	Приложение	ГОСТ 4461—77	4.8.2, Приложение
ГОСТ 1467—77	4.8.2, Приложение	ГОСТ 4463—76	4.5.2
ГОСТ 1770—74	4.1.3	ГОСТ 4467—79	4.9.2
ГОСТ 1973—77	4.11.2	ГОСТ 4518—75	4.3.2
ГОСТ 2226—88	5.1	ГОСТ 4526—75	Приложение
ГОСТ 2874—82	2.3.2	ГОСТ 4658—73	4.4.2, 4.8.2
ГОСТ 3117—78	4.3.2, 4.5.2	ГОСТ 5457—75	Приложение
ГОСТ 3118—77	4.3.2, 4.8.2, 4.11.2, Приложение	ГОСТ 5817—77	4.10.2
		ГОСТ 5841—74	4.11.2
ГОСТ 3640—79	4.3.2, 4.8.2	ГОСТ 6008—82	Приложение
ГОСТ 3760—79	4.3.2	ГОСТ 6563—75	4.10.2
ГОСТ 3765—78	4.10.2, 4.11.2	ГОСТ 6613—86	1.5, 4.12.1
ГОСТ 3773—72	4.2.2, 4.9.2		

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 6709—72	4.3.2, 4.4.2, 4.5.2, 4.6.2, 4.7.2, 4.9.2, 4.11.2, Приложение	ГОСТ 19433—88	5.3
		ГОСТ 19627—74	4.9.2
		ГОСТ 20288—74	4.11.2
		ГОСТ 20292—74	4.1.3
ГОСТ 9428—73	4.10.2	ГОСТ 20490—75	4.11.2
ГОСТ 9557—87	5.4	ГОСТ 20504—81	4.3.2
ГОСТ 9570—84	5.4	ГОСТ 21650—76	5.4
ГОСТ 10652—73	4.3.2	ГОСТ 23463—79	4.9.2
ГОСТ 11293—89	4.8.2	ГОСТ 24597—81	5.4
ГОСТ 14192—77	5.2	ГОСТ 25336—82	4.3.2, 4.7.2
ГОСТ 14919—83	4.9.2	ГОСТ 25664—83	4.9.2
ГОСТ 14261—77	Приложение	ГОСТ 26032—83	4.3.2
ГОСТ 16286—84	4.5.2	ГОСТ 26381—84	5.4
ГОСТ 17811—78	5.1		

6. Срок действия продлен до 01.01.94 (Постановлением Госстандарта СССР № 2233 от 24.06.88)

7. Переиздание (июнь 1990 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1986 г., июне 1987 г., июне 1988 г. (ИУС 11—86, 9—87, 10—88)

Редактор *М. Е. Искандарян*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *О. Я. Чернецова*

Сдано в наб. 21.05.90 Подп. в печ. 22.08.90 2,5 усл. п. л. 2,5 усл. кр.-отт. 2,53 уч.-изд. л. Тир. 9000 Цена 50 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 878

gost.e-ecolog.ru