ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

СОЛЬ ЗАКИСИ ЖЕЛЕЗА И АММОНИЯ ДВОЙНАЯ СЕРНОКИСЛАЯ (СОЛЬ МОРА)

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4208—72

Издание официальное

Б3 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.39'722'226-386-41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

СОЛЬ ЗАКИСИ ЖЕЛЕЗА И АММОНИЯ ДВОЙНАЯ СЕРНОКИСЛАЯ (СОЛЬ МОРА)

Технические условия

ГОСТ 4208—72

Reagents.
Ammonium ferrous sulphate.
Specifications

ОКП 26 2111 0170 04

Дата введения 01.01.73

Настоящий стандарт распространяется на двойную сернокислую соль закиси железа и аммония (соль Мора).

Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора) представляет собой кристаллы или кристаллический порошок бледно-голубовато-зеленого цвета; растворима в воде. Не горюча, не ядовита.

Формула:

$$FeSO_4 (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 392,12.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно. Изм. № 1).

1.1. По физико-химическим показателям двойная сернокислая соль закиси железа и аммония должна соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2116 0170 04	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2116 0172 02	Чистый (ч.) ОКП 26 2116 0171 03
1. Массовая доля соли закиси железа и аммония двойной сернокислой, %, не менее	99,7	99,7	98,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,010	0,020
3. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,002	0,005	0,010
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002	0,005
5. Массовая доля железа окисного (Fe^{3+}), %, не более	0,005	0,010	0,020
6. Массовая доля марганца (Mn), %, не более	0,02	0,05	Не нормируется

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2116 0170 04	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2116 0172 02	Чистый (ч.) ОКП 26 2116 0171 03
7. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,002	0,003	0,010
8. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,002	0,004	Не нормируется
9. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,003	0,010	0,020
10. Массовая доля суммы калия, натрия, кальция, магния (K+Na+Ca+Mg), %, не более	0,02	0,05	0,10
11. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	3,0—5,0	3,0—5,0	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании используют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Общая масса средней пробы должна быть не менее 170 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Определение массовой доли двойной сернокислой соли закиси железа и аммония

3.2.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Бюретка 1 (2)—2—50—0,1 по НТД.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 6 (7)—2—5 (10) по НТД.

Цилиндр 1 (3)—100 по ГОСТ 1770.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации $c(1/5\ KMnO_4)$= =0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Вода дистиллированная, не содержащая кислорода; готовят по ГОСТ 4517.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 1,5000 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 100 см^3 воды, затем прибавляют при перемешивании 5 см^3 серной кислоты, 2 см^3 ортофосфорной кислоты и титруют раствором марганцовокислого калия до неисчезающей розовой окраски. Одновременно титруют контрольный раствор в тех же условиях с теми же количествами применяемых реактивов.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю двойной сернокислой соли закиси железа и аммония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}03921 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,03921 — масса соли Мора, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,4 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.2.1—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и приборы*

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336.

Пипетка 4 (5)—2—1 (2) по НТД.

Стакан В (Н)-1—400 по ГОСТ 25336.

3.3.2. *Проведение анализа*

20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 200 см³ воды, подкисленной 1 см³ серной кислоты. Стакан закрывают часовым стеклом, раствор нагревают в течение 1 ч на водяной бане и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата химически чистый — 1 мг;

для препарата чистый для анализа — 2 мг;

для препарата чистый — 4 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата для препарата «химически чистый» ±45 %, для препарата «чистый для анализа» ±30 % и для препарата «чистый» ±15 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3.1; 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.4. Определение массовой доли фосфатов

3.4.1. *Реактивы, растворы, аппаратура и посуда*

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 2,5 % в растворе серной кислоты концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 6 моль/дм³ (6 н.); готовят следующим образом: 25,00 г молибденовокислого аммония растворяют в 700 см³ воды, прибавляют осторожно, при перемешивании 170 см³ концентрированной серной кислоты, доводят объем раствора водой до 1 дм³ и перемешивают.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = = 6 моль/дм³ (6 н.).

Раствор, содержащий PO_4; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см³ PO_4.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-Н-57 или любого другого типа.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Колба Кн-1—50—14 (23) ТХС или

Колбы Кн-2—50—18 по ГОСТ 25336.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4 (5)—2—1 (2) и 6 (7)—2—10 (25) по НТД.

Стакан В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

3.4.2. *Построение градуировочного графика*

Готовят растворы сравнения. Для этого в конические колбы помещают растворы, содержащие: 0,02; 0,03; 0,05; 0,07 и 0,10 мг фосфатов.

Одновременно в такой же конической колбе готовят контрольный раствор, не содержащий фосфатов. В каждую колбу помещают 1,00 г анализируемого препарата, 30 см³ воды, 0,5 см³ раствора серной кислоты, перемешивают до растворения препарата, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», прибавляют 8 см³ раствора молибденовокислого аммония и нагревают на водяной бане в течение 15 мин. Затем растворы охлаждают, через 15 мин переносят в мерные колбы, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Величину оптической плотности растворов сравнений измеряют по отношению к контрольному раствору в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, пользуясь красным светофильтром № 8 при длине волны 656 нм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс введенные массы фосфатов в миллиграммах, а по оси ординат соответствующие им величины оптических плотностей. Градуировочный график должен иметь вид прямой линии, проходящей через начало координат.

3.4.3. *Проведение анализа*

1,00 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 30 см³ воды, 0,5 см³ раствора серной кислоты, перемешивают до растворения препарата. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», прибавляют 8 см³ раствора молибденовокислого аммония и нагревают на водяной бане в течение 15 мин. Затем раствор охлаждают, через 15 мин переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, приготовленному следующим образом: 1,00 г препарата помещают в мерную колбу, прибавляют 30 см³ воды, 0,5 см³ раствора серной кислоты, перемешивают до растворения препарата. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», прибавляют 8 см³ раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика. По полученной величине оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу фосфатов в миллиграммах в анализируемом растворе.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса фосфатов не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,02 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг;

для препарата чистый — 0,10 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±15 % для препарата «химически чистый», ±10 % для препарата «чистый для анализа» и «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.4.1—3.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7 фототурбидиметрическим методом. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³) и растворяют в 20 см³ воды. К раствору прибавляют 4 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и нагревают до начала выделения окислов азота. После окончания реакции раствор нагревают до кипения, кипятят в течение 2 мин, охлаждают и, если раствор мутный, его фильтруют через беззольный фильтр, промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Затем прибавляют 1 см³ раствора азотнокислого серебра, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Одновременно, таким же образом, готовят контрольный раствор, содержащий в таком же объеме 1,00 г анализируемого препарата и 4 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. Через 20 мин измеряют величину оптической плотности анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика.

По полученной величине оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу хлоридов в миллиграммах в анализируемом растворе.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,01 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг;

для препарата чистый — 0,05 мг.

Допускается заканчивать определение визуально-нефелометрически, при этом растворы сравнения готовят на растворе анализируемого препарата, освобожденном от хлоридов.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ заканчивают фототурбидиметрически.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6. Определение массовой доли окисного железа

3.6.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Колбы Кн-1—50—14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 4 (5)—2—1 (2) и 6 (7)—2—5 (10, 25) по НТД.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 30 %, готовят по ГОСТ 4517.

Вода дистиллированная, не содержащая кислорода: готовят по ГОСТ 4517.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %.

Раствор, содержащий Fe^{3+}; готовят по ГОСТ 4212 соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см^3 Fe^{3+}.

3.6.2. *Проведение анализа*

20 см^3 наливают в коническую колбу, прибавляют 0,5 см^3 раствора серной кислоты, 4 см^3 раствора роданистого аммония и 0,10 г препарата. Закрывают колбу пробкой, перемешивают и сравнивают окраски анализируемого раствора и раствора сравнения. Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,005 мг Fe;

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Fe;

для препарата чистый — 0,020 мг Fe;

0,5 см^3 раствора серной кислоты и 4 см^3 раствора роданистого аммония.

3.6.1; 3.6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.7. Определение массовой доли марганца

3.7.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4 (5)—2—1 (2) и 6 (7)—2—5 (10, 25) по НТД.

Пробирки П4-25—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Стакан по ГОСТ 25336.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Раствор, содержащий Mn; готовят по ГОСТ 4212 соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см^3 Mn.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации $c(AgNO_3) = 0{,}1$ моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

Смесь азотной и ортофосфорной кислот; готовят по ГОСТ 4517.

3.7.2. *Проведение анализа*

1,00 г препарата растворяют в 30—40 см^3 воды и 5 см^3 смеси кислот в мерной колбе, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 1 см^3 полученного раствора (соответствует 0,02 г препарата) помещают в пробирку, прибавляют 15 см^3 смеси кислот, 0,4 г надсернокислого аммония, 0,2 см^3 раствора азотнокислого серебра, перемешивают и нагревают пробирку в стакане с кипящей водой в течение 10 мин, после чего охлаждают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая по оси пробирки окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,004 мг Mn;

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Mn;

15 $см^3$ смеси кислот, 0,4 г надсернокислого аммония, 0,2 $см^3$ раствора азотнокислого серебра.

3.7.1; 3.7.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.8. Определение массовой доли магния, меди, свинца и цинка

3.8.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Спектрограф типа ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем.

Генератор типа ДГ-2.

Выпрямитель типа ВАЗ 275/100.

Микрофотометр типа МФ-2 или МФ-4.

Спектропроектор типа ПС-18.

Пипетки 6 (7)—5 (10, 25) по НТД.

Тигель по ГОСТ 9147.

Ступки фторопластовые или плексигласовые с пестиками.

Угли графитированные для спектрального анализа ос. ч. 7—3 диаметром 6 мм; верхний электрод заточен на конус, в нижнем высверлен цилиндрический канал диаметром 4,5 мм, глубиной 6 мм.

Фотопластинки спектральные типа I светочувствительностью 3—4 ед.

Графит порошковый ос. ч. 8—4 по ГОСТ 23463.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664.

Натрий сульфит 7-водный.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 или

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Растворы, содержащие Mg, Cu, Pb, Zn, готовят по ГОСТ 4212.

Железо (III) оксид, ос. ч. 2—4.

Железо (III) оксид, содержащий минимальное количество примесей магния, меди, свинца и цинка, определяемых методом добавок и учитываемых при построении градуировочного графика.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом:

раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфита натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют;

раствор Б — 16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают перед использованием в равных объемах.

Фиксаж быстродействующий, готовят следующим образом: 500 г 5-водного серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 $дм^3$, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

3.8.2. *Приготовление образцов для построения градуировочного графика*

10,00 г оксида железа (III) помещают в ступку, смачивают спиртом, прибавляют указанные в табл. 2 массы определяемых примесей, затем тщательно растирают не менее 1 ч, высушивают под инфракрасной лампой при 60—70 °С и вновь тщательно растирают в течение 2 ч.

Каждый образец тщательно перемешивают в ступке с порошковым графитом в соотношении 1:1 до получения однородной массы.

Таблица 2

Номер образца	Введено в раствор, мг				Массовая доля примесей в пересчете на препарат, %			
	Mg	Cu	Pb	Zn	Mg	Cu	Pb	Zn
1	5	1,0	1,0	1,5	0,05	0,01	0,01	0,015
2	10	2,0	2,5	5,0	0,1	0,02	0,025	0,05
3	20	5	5	10	0,2	0,05	0,05	0,1

3.8.1, 3.8.2. **(Измененная редакция. Изм. № 1, 2).**

3.8.3. *Подготовка анализируемой пробы*

5 г препарата помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи 3 ч при 900 °С, 0,20 г прокаленного препарата и 0,20 г порошкового графита помещают в ступку и тщательно перемешивают до получения однородной смеси.

3.8.4. *Проведение анализа*

Анализ проводят в дуге постоянного тока при следующих условиях:

сила тока, А	— 10±0,5;
напряжение, В	— 220;
ширина щели спектрографа, мм	— 0,012;
высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	— 5;
время экспозиции, с	— 30.

Перед съемкой спектрограммы электроды обжигают в дуге постоянного тока при силе тока 12 А в течение 15 с. После обжига и охлаждения электродов в канал нижнего электрода (анод) вносят анализируемую пробу или образец для построения градуировочного графика. Навеска пробы определяется объемом канала. Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной фотопластинке не менее трех раз, ставя каждый раз новую пару электродов.

3.8.5. *Обработка спектрограммы и подсчет результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование спектральных линий примесей и линий сравнения, пользуясь логарифмической шкалой.

Определяемый элемент и его аналитическая линия в нм	Линия сравнения
Mg 280; 27; 277; 98	Fe 280, 45
Cu 327, 396	Fe 327, 10
Pb 283, 31	Fe 283, 13
Zn 334, 502	Fe 335, 523

По трем значениям ΔS определяют среднее арифметическое значение разности почернений

$$\Delta S = S_{пр} - S_{л \cdot ср},$$

где $S_{пр}$ — почернение линии примеси;

$S_{л \cdot ср}$ — почернение линии сравнения (железа).

По значениям ΔS образцов для каждого элемента строят градуировочные графики, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, на оси ординат — разности почернений ΔS. По графику находят содержание каждой примеси в оксиде железа (III).

Коэффициент пересчета для определения содержания примеси в соли Мора равен 5.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание каждой определяемой примеси не будет превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 40 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.9а. Определение массовой доли цинка атомно-абсорбционным методом

3.9а.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Атомно-абсорбционный спектрофотометр «Сатурн»; допускается применение других приборов с аналогичными чувствительностью и точностью.

Лампа безэлектродная высокочастотная ВСБ-Zn.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4 (5)—2—1 (2), 6 (7)—2—5 (10) по НТД.

Стакан В-1—100 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Воздух сжатый для контрольно-измерительных приборов.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная или деминерализованная.

Раствор, содержащий цинк; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Zn.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Железо карбонильное, ос. ч. 13—2, 6—2.

Все растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

3.9а.2. *Подготовка анализируемых растворов*

1,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 40—50 см³ воды, добавляют 1 см³ серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают.

3.9а.3. *Приготовление растворов сравнения*

В три стакана помещают по 0,15 г карбонильного железа, прибавляют 15—20 см³ воды и 3 см³ серной кислоты, растворяют при нагревании. Растворы переносят в мерные колбы и вводят раствор, содержащий цинк в количествах, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Масса цинка, введенного в раствор сравнения, мг/100 см³	Массовая доля цинка в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	0,02	0,002
2	0,04	0,004
3	0,06	0,006
4	0,10	0,010
5	0,20	0,020

Объем растворов доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.9а.4. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в пламени ацетилен-воздух, используя аналитическую линию Zn — 213,9 нм. После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование анализируемого раствора и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли примеси. Фотометрирование проводят в прямом и обратном порядке. Вычисляют среднее арифметическое результатов показаний прибора для всех растворов.

3.9а.5. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения поглощения, на оси абсцисс — массовую долю цинка в пересчете на препарат в процентах.

Массовую долю цинка в процентах находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При разногласиях в оценке массовой доли цинка анализ проводят атомно-абсорбционным методом.

3.9а—3.9а.5 **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3.9. Определение массовой доли калия, натрия и кальция

Определение массовой доли калия, натрия и кальция проводят по ГОСТ 26726.

3.10. Определение pH раствора с массовой долей 5%

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), перемешивают и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности ±0,05 pH.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 pH.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,1 pH при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.9, 3.10. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-2, 2т-4.

Группа фасовки: III, IV, V.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

4.3. Препарат транспортируют всеми видами транспорта.

4.4. Препарат хранят в закрытой таре в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие двойной сернокислой соли закиси железа и аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Р. П. Ластовский, В. Г. Брудзь, И. Л. Ротенберг, З. М. Ривина, З. А. Жукова, Т. К. Палдина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 13.04.72 № 747

3. В стандарт введен МС ИСО 6353—3—87 (Р. 42)

4. ВЗАМЕН ГОСТ 4208—66

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	3.8.1	ГОСТ 9147—80	3.8.1
ГОСТ 84—76	3.8.1	ГОСТ 10671.7—74	3.5
ГОСТ 1277—75	3.7.1	ГОСТ 18300—87	3.8.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.4.1, 3.7.1, 3.9а.1	ГОСТ 19627—74	3.8.1
ГОСТ 3765—78	3.4.1	ГОСТ 20478—75	3.7.1
ГОСТ 3773—72	3.8.1	ГОСТ 20490—75	3.2.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 23463—79	3.8.1
ГОСТ 4160—74	3.8.1	ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.9а.1
ГОСТ 4204—77	3.2.1, 3.3.1, 3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.9а.1	ГОСТ 25664—83	3.8.1
ГОСТ 4212—76	3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9а.1	ГОСТ 25794.2—83	3.2.1
		ГОСТ 25794.3—83	3.7.1
ГОСТ 4461—77	3.7.1	ГОСТ 26726—85	3.9
ГОСТ 4517—87	3.2.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.10	ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 5457—75	3.9а.1	ГОСТ 27067—86	3.6.1
ГОСТ 6552—80	3.2.1, 3.7.1	ГОСТ 27068—86	3.8.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.4.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9а.1		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *С. И. Фирсова*
Компьютерная верстка *В. И. Матюшенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.05.98. Подписано в печать 22.06.98. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Тираж 207 экз. С 714. Зак. 1078

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru