

Изменение № 2 ГОСТ 741.12—80 Кобальт. Методы определения цинка

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: «2. Атомно-абсорбционный метод определения цинка (от 0,0008 до 0,003 %)».

Пункт 2.2. Первый — третий абзацы изложить в новой редакции: «Спектрофотометр атомно-абсорбционный с коррекцией фона.

Источник излучения для цинка»;

заменить слово: «разбавленная» на «раствор»;

дополнить абзацем (после четвертого): «Вода дистиллированная»;

шестой, седьмой абзацы изложить в новой редакции: «Кобальт марки КО по ГОСТ 123—78 с известным содержанием цинка, азотно-кислый раствор: 10,00 г кобальта растворяют в 70 см³ раствора азотной кислоты 1:1, выпаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 15—20 см³ воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,1 г кобальта»;

десятый, одиннадцатый абзацы. Заменить значения: 1 мг на $1 \cdot 10^{-3}$ г; 0,01 мг на $1 \cdot 10^{-5}$ г;

последний абзац изложить в новой редакции: «Для хранения реактивов используют посуду из кварцевого стекла и полиэтилена»;

заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84.

Пункты 2.3, 2.5.1, 2.5.2 изложить в новой редакции: «2.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой 5,0000 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 300 см³, растворяют в 50 см³ раствора азотной кислоты 1:1, выпаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 15—20 см³ воды, нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

Распыляют последовательно в пламя анализируемые растворы, градуировочные растворы, растворы контрольного опыта при длине волны 213,8 нм.

(Продолжение см. с. 50)

Концентрацию цинка в анализируемых растворах находят по градуировочному графику с поправкой на концентрацию цинка в растворах контрольного опыта.

2.5.1. Массовую долю цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация цинка в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем фотометрируемого раствора, см³;

m — масса навески кобальта, г.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,0005 до 0,0008 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0008 » 0,0015 »	0,0003	0,0004
» 0,0015 » 0,0040 »	0,0004	0,0005
» 0,004 » 0,008 »	0,001	0,001
» 0,008 » 0,015 »	0,002	0,002
» 0,015 » 0,080 »	0,004	0,004

Раздел 3. Наименование изложить в новой редакции: «3. Полярографический метод определения цинка при массовой доле от 0,0005 до 0,03 %».

(Продолжение см. с. 51)

Пункт 3.2 изложить в новой редакции: «3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярграф переменного тока. Допускается применение других полярграфов.

Колонки ионообменные внутренним диаметром 10—11 мм и высотой 200—300 мм.

Смола ионообменная АВ-17 по ГОСТ 20301—74.

Смола ионообменная КУ-2 по ГОСТ 20301—74.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, дополнительно очищенная на анионите и 2 М раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный, раствор 1 : 10.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 4 М.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный водный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 10 г/дм³.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор 100 г/дм³.

Натрий сернисто-кислый, насыщенный раствор, очищенный дитизоном: очистку проводят в делительной воронке порциями дитизона, до тех пор, пока последняя порция дитизона сохранит зеленую окраску, затем реактив промывают 5—10 см³ четыреххлористого углерода и органический слой отбрасывают.

Кислота нитрилтриуксусная (комплексон I) по ТУ 6—09—08—2009—89.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89, раствор 10 г/дм³.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74, перегнанный.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ТУ 6—09—07—1684—89, раствор 0,04 г/дм³ в хлороформе.

Подготовка смол для работы

Подготовка анионита: фракцию ионообменной смолы 0,25—0,50 мм замачивают в растворе соляной кислоты на сутки; затем переносят в колонку, в нижней части которой находится стеклянная вата, промывают раствором соляной кислоты до исчезновения желтой окраски в элюате, пропускают 200 см³ воды и 100 см³ раствора соляной кислоты для перевода смолы в хлорид-ионную форму. Скорость пропускания раствора через колонку 1,5—2 см³/мин.

Подготовка катионита: фракцию ионообменной смолы 0,25—0,50 мм замачивают в растворе хлористого натрия, промывают раствором гидроксида натрия, водой, затем раствором соляной кислоты до исчезновения желтой окраски в

элюате. После этого промывают водой до отрицательной реакции на хлорид-ион с азотно-кислым серебром.

Аммонийно-аммиачный фон: в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,02 г нитрилтриуксусной кислоты, приливают 0,7 см³ раствора гидроксида аммония, растворяют, затем приливают 2,5 см³ 1 М раствора хлористого аммония, 8 см³ раствора сернистого натрия, воду до объема 50 см³, 0,5 см³ раствора желатина и доливают до метки водой.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Приготовление стандартных растворов цинка

Раствор А: 1,0000 г цинка растворяют в соляной кислоте, приливая ее порциями по 5—10 см³ до полного растворения металла. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 40 см³ соляной кислоты и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-3}$ г цинка.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки 2 М раствором соляной кислоты.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, очищенная на смоле типа КУ-2.

Для хранения реактивов используют посуду из кварцевого стекла и полиэтилена.

Кварцевую посуду очищают кипячением в ней раствора соляной кислоты, затем многократно промывают водой.

Для очистки полиэтиленовой посуды в нее наливают 20 см³ воды, 10 см³ раствора дитизона и встряхивают в течение 1—2 мин.

Очистку продолжают до появления первоначальной окраски дитизона, затем посуду встряхивают с 10 см³ четыреххлористого углерода и многократно промывают водой».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (*d*), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (*D*), не должны превышать значений, указанных в табл. 2».

(ИУС № 2 1992 г.)