

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

СВИНЕЦ

ГОСТ

Метод определения цинка

20580.3—80*

Lead.
Method for the determination of zinc

[СТ СЭВ 908—78]

ОКСТУ 1725

Взамен
ГОСТ 20580.3—75

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1980 г. № 1976 срок действия установлен

с 01.12.80

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.83 № 6396
срок действия продлен

до 01.12.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения цинка от 0,0005 до 0,1% в свинце (99,992—99,5%).

Метод основан на растворении свинца в азотной кислоте, осаждении его в виде сульфата и полярографирования цинка в аммиачной среде в пределах потенциалов от минус 1,0 до минус 1,8 В относительно насыщенного каломельного электрода.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 908—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20580.0—80.

1.2. Правильность получаемых результатов анализа контролируется одновременным определением массовых долей цинка в соответствующем СО свинца № 1595—79 — 1598—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф осциллографический ПО-5122, ППТ-1 или полярограф аналогичного типа.

Колбы кварцевые вместимостью 250 см³.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 48.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание декабрь 1984 г. с Изменением № 1,
утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 4—84).

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Конго красный по ГОСТ 5552—74.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ГОСТ 429—76, насыщенный раствор.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 1%-ный раствор, свежеприготовленный.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Стандартные растворы цинка.

Раствор А: 1 г цинка растворяют при нагревании в 50 см³ соляной кислоты (1 : 1), приливают 25 см³ воды, перемешивают, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг цинка.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 500 см³ переносят 50 см³ раствора А, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг цинка.

Растворы с известным содержанием цинка: в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ отбирают пипетками или микробюреткой 0,6; 1,0; 2,0; 10,0; 20,0 и 30,0 см³ раствора Б, приливают по 10 см³ серной кислоты (1 : 1). Нейтрализуют растворы водным аммиаком по конго красному и добавляют избыток 10 см³. Растворы охлаждают, приливают по 10 см³ насыщенного раствора сульфита натрия, по 2 см³ желатина, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Растворы с известным содержанием содержат 0,6; 1,0; 2,0; 10,0; 20,0 и 30,0 мг цинка в 1 дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску свинца массой 10 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 70—80 см³ азотной кислоты (1 : 3). Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, затем доливают до метки водой и тщательно перемешивают. В зависимости от содержания цинка в колбу вместимостью 250 см³ отбирают аликвотную часть раствора, при массовой доле цинка от 0,0005 до 0,001% — 100 см³, от 0,001 до 0,01% — 50 см³, свыше 0,01% — 10 см³.

Аликвотную часть раствора разбавляют водой до 100 см³, нагревают до 60—70°C и приливают по каплям 5 см³ раствора серной кислоты (1 : 1). Раствор с осадком сульфата свинца нагревают до кипения и охлаждают в проточной воде. Осадок отфильтровывают на плотный фильтр «синяя лента», промывают колбу и фильтр раствором серной кислоты (1 : 48).