

ГОСТ 5106-77

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ЦИНК АЗОТНОКИСЛЫЙ 6-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

REAGENTS. ZINC NITRATE 6-AQUEOUS. SPECIFICATIONS

ОКП 26 2225 0010 00

Дата введения 1978-07-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

В.П.Чуб, Л.К.Хайдукова, В.К.Окунева, В.А.Лабецкий, А.С.Садовская, В.Н.Корецкая, Г.В.Грязнов, В.Г.Бруздь,
Т.Г.Манова, И.Л.Ротенберг, Э.П.Кравчук, М.В.Перловская, В.Н.Смородинская

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14 июня 1977 г. N 1484

3. Стандарт соответствует рекомендации СЭВ РС 5473-76, за исключением методики определения содержания нерастворимых в воде веществ в части формулы расчета

4. Периодичность проверок - 5 лет

5. ВЗАМЕН ГОСТ 5106-69

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770-74	3.3.1; 3.6.1; 3.10.1
ГОСТ 3885-73	3.1
ГОСТ 4212-76	3.6.1; 3.8.1
ГОСТ 4328-77	3.6.1; 3.10.1
ГОСТ 4517-87	3.6.1
ГОСТ 4919.1-77	3.10.1
ГОСТ 5457-75	3.8.1
ГОСТ 6709-72	3.3.1; 3.6.1; 3.8.1; 3.10.1
ГОСТ 9147-80	3.4
ГОСТ 10398-76	3.2
ГОСТ 10555-75	3.7

ГОСТ 10671.5-74	3.4
ГОСТ 10671.7-74	3.5
ГОСТ 19433-88	4.1
ГОСТ 21979-76	3.9
ГОСТ 24104-88	3.1а
ГОСТ 25336-82	3.2; 3.3.1; 3.5; 3.10.1
ГОСТ 25794.1-83	3.10.1
ГОСТ 27025-86	3.1а

7. Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2-93)

8. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменением N 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 9-87)

Настоящий стандарт распространяется на реактив - 6-водный азотнокислый цинк, представляющий собой бесцветные прозрачные кристаллы, растворимые в воде и спирте. Температура плавления - плюс 36,4 °С.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества.

Формула $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 297,47.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 6-водный азотнокислый цинк должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям 6-водный азотнокислый цинк должен соответствовать нормам, указанным в табл.1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2225 0013 08	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2225 0012 09	Чистый (ч.) ОКП 26 2225 0011 10
1. Массовая доля 6-водного азотнокислого цинка $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, %, не менее	98,5	98,5	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,005	0,010
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,003	0,005
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,001	0,0020
5. Массовая доля аммонийных солей (NH_4), %, не более	0,003	He	He

6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,00025	нормируется 0,0005	нормируется 0,00100
7. Массовая доля натрия, калия и кальция (Na+K+Ca), %, не более	0,004	0,02	0,050
8. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,001	0,005	0,020
9. Массовая доля кислот (в пересчете на HNO ₃), %, не более	0,01	0,025	0,040

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При выполнении операций взвешивания используют лабораторные весы по ГОСТ 24104* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 24104-2001. - Примечание изготовителя базы данных.

Допускается применение импортной лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 250 г.

3.2. Определение массовой доли 6-водного азотнокислого цинка

Определение проводят по ГОСТ 10398.

При этом около 0,5000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336), растворяют в 100 см³ воды и проводят определение комплексонометрическим методом.

Масса 6-водного азотнокислого цинка, соответствующая 1 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 М), составляет 0,01487 г.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336 типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.

Стакан В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-250 по ГОСТ 1770.

3.3.2. Проведение анализа

40,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 100 см³ горячей дистиллированной воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на кипящей водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с точностью до четвертого десятичного знака.

Остаток на фильтре промывают 150 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 - 1,2 мг,

для препарата чистый для анализа - 2,0 мг,

для препарата чистый - 4,0 мг.

3.4. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом 1,00 г препарата помещают в фарфоровую чашку вместимостью 50 см³ (ГОСТ 9147), смачивают 3 см³ концентрированной соляной кислоты и выпаривают на кипящей водяной бане досуха (до исчезновения запаха соляной кислоты).

После охлаждения остаток растворяют в 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10% и 20 см³ воды. Раствор переносят в колориметрический стаканчик (с меткой на 26 см³) и, если раствор мутный, его фильтруют через беззольный фильтр, промытый горячей водой, объем раствора доводят водой до метки, и далее определение проводят визуально-нефелометрическим (способ 1) или фототурбидиметрическим методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

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

для препарата химически чистый - 0,02 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,03 мг,

для препарата чистый - 0,05 мг.

При необходимости в результат определения вносят поправку на массовую долю сульфатов в применяемом количестве концентрированной соляной кислоты, определяемую контрольным опытом.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом. 3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (ГОСТ 25336) и растворяют в 30 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

Далее определение проводят визуально-нефелометрическим (в объеме 40 см³) или фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) методом.

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 - 0,04 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.3.1-3.5. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.6. Определение массовой доли аммонийных солей

3.6.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10%, не содержащий NH_4^+ ; готовят по ГОСТ 4517.

Раствор, содержащий NH_4^+ ; готовят по ГОСТ 4212.

Реактив Несслера; готовят по ГОСТ 4517.

Пипетки 4(5)-2-2 и 6(7)-2-10 по НТД.

Цилиндр 2-100 по ГОСТ 1770.

3.6.2. Проведение анализа

0,50 г препарата помещают в цилиндр (с меткой на 50 см^3), растворяют в 10 см^3 воды, прибавляют 10 см^3 раствора гидроокиси натрия, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают, прибавляют 1 см^3 реактива Несслера и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин желтая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме для препарата химически чистый 0,015 мг NH_4^+ , 10 см^3 раствора едкого натра и 1 см^3 реактива Несслера

3.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 50 см^3), прибавляют 20 см^3 воды, 1 см^3 раствора соляной кислоты, 2 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и перемешивают.

К раствору прибавляют раствор аммиака (3 см^3) до полного растворения выпадающего вначале осадка, а затем 5 см^3 избытка того же раствора аммиака, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

для препарата химически чистый - 0,005 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,01 мг,

для препарата чистый - 0,02 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически

3.6.1-3.7 (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.8. Определение массовой доли натрия, калия и кальция

3.8.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем.

Горелка.

Распылитель.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Пропан-бутан.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная и кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Растворы, содержащие натрий, калий и кальций, готовят по ГОСТ 4212, - раствор А.

Соответствующим разбавлением готовят растворы, содержащие по 0,01 мг/см³ натрия, калия и кальция, - раствор Б.

Все растворы, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.8.2. Подготовка к анализу

3.8.2.1. Приготовление растворов сравнения

В шесть мерных колб помещают по 20 см³ воды и указанные в табл.2 объемы растворов А и Б.

Таблица 2

Номера растворов сравнения	Объем раствора А, см ³	Объем раствора Б, см ³	Введено в растворы сравнения в виде добавок мг/100 см ³			Массовая доля примесей в растворах сравнения в пересчете на препарат, %		
			Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	-	2	0,02	0,02	0,02	0,001	0,001	0,001
2	-	6	0,06	0,06	0,06	0,003	0,003	0,003
3	-	10	0,1	0,1	0,1	0,005	0,005	0,005
4	0,2	-	0,2	0,2	0,2	0,01	0,01	0,01

5	0,4	-	0,4	0,4	0,4	0,02	0,02	0,02
6	0,6	-	0,6	0,6	0,4	0,03	0,03	0,03

Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.8.2.2. Приготовление анализируемых растворов

2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.8.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Определение кальция проводят в пламени ацетилен-воздух, используя аналитическую линию Ca-422,7 нм.

Определение K и Na проводят в пламени пропан-бутан-воздух, используя аналитические линии Na-589,0 нм и K-766,5-769,9 нм.

После подготовки прибора к анализу в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания примесей.

После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примесей, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании воды, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

После каждого измерения распыляют воду.

3.8.4. Обработка результатов

По полученным данным строят градуировочный график для растворов сравнения, откладывая на оси ординат значения интенсивности излучения, на оси абсцисс - массовую долю определяемого элемента в пересчете на препарат.

Массовую долю натрия, калия и кальция в препарате находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля натрия, калия и кальция не будет превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 20%, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.9. Определение массовой доли свинца

Определение проводят по ГОСТ 21979 с применением ртутно-графитового электрода. При этом 2,00 г препарата растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 5%, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.10. Определение массовой доли кислот (в пересчете на HNO₃)

3.10.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метилловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,02$ моль/дм³ (0,02 н); готовят по ГОСТ 25794.1.

Бюретка 1 (2) -2-2-0,01 по НТД.

Колба Кн-2-100-22 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 4 (5)-2-1 по НТД.

Цилиндр 1-50 по ГОСТ 1770.

3.10.2. Проведение анализа

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 1-2 капли раствора метилового оранжевого и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до перехода красной окраски раствора в желтую.

3.10.3. Обработка результатов

Массовую долю азотной кислоты (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,00126 \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,02 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,00126 - масса азотной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,02 моль/дм³, г;

m - масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.8.2.1-3.10.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2-9, 11-6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5112, серийный номер ООН 1514).

4.2. Препарат перевозят транспортом всех видов в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

4.3. Препарат хранят в закрытой таре, в крытых складских помещениях при температуре не выше плюс 30 °С.

Не допускается хранение совместно с легковоспламеняющимися веществами и горючими материалами.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 6-водного азотнокислого цинка требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - один год со дня изготовления.

5.1-5.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Азотнокислый цинк обладает значительным прижигающим действием на кожу и слизистые оболочки.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

6.3. Азотнокислый цинк в смеси с горючими материалами легко воспламеняется и может сильно гореть. При загорании тушить тонкораспыленной водой или пеной.

Электронный текст документа
подготовлен ЗАО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: ИПК Издательство стандартов, 1998