

Изменение № 4 ГОСТ 24295—80 Посуда хозяйственная стальная эмалированная. Методы анализа вытяжек

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 19 от 24.05.2001)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 3832

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Вводную часть изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на стальную эмалированную посуду и устанавливает методы определения бора ($0,5—6$ мг/дм³), фтора ($0,1—1$ мг/дм³), никеля, кобальта, хрома, меди, цинка, свинца, железа и марганца ($0,03—3$ мг/дм³) в вытяжках — продукте взаимодействия модельного раствора с силикатным эмалевым покрытием посуды».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции:

«1.1. Для определения содержания бора, кобальта, никеля, хрома, меди, цинка, железа, свинца, марганца и мышьяка готовят уксусноокислую вытяжку, для определения фтора — водную».

Пункт 2.1.2. Исключить ссылку: ГОСТ 20292—74.

Пункты 6.1.1, 6.2.1, 6.3.1 дополнить абзацем:

«Чувствительность метода — $0,02$ мг/дм³».

Стандарт дополнить разделами — 7, 8:

(Продолжение см. с. 48)

7. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ, ЦИНКА, НИКЕЛЯ, КОБАЛЬТА, ЖЕЛЕЗА, МАРГАНЦА И ХРОМА

7.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения излучения свободными атомами меди, цинка, никеля, кобальта, железа, марганца и хрома, образующимися при распылении анализируемых растворов в пламени воздух—ацетилен.

Чувствительность метода — 0,02 мг/дм³ для всех элементов.

7.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Источники излучения — лампы с полым катодом для определения меди, цинка, никеля, кобальта, железа, марганца, хрома.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78.

Стандартные растворы меди:

Раствор А: 0,1000 г меди растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают; 1 см³ раствора содержит 0,1 мг меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают; 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг меди.

Никель металлический по ГОСТ 849—97.

Стандартные растворы никеля готовят, как стандартные растворы меди.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—94.

Стандартные растворы цинка:

Раствор А: 0,1000 г цинка растворяют в 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают; 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг цинка.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают; 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг цинка.

Кобальт металлический марки КО по ГОСТ 123—98.

Стандартные растворы готовят, как растворы меди и никеля.

Железо карбонильное по ТУ 6—09—3000—86.

(Продолжение см. с. 49)

Стандартные растворы железа:

Раствор А: 0,1000 г карбонильного железа растворяют в 20 см³ соляной кислоты, не допуская кипения, добавляют в конце растворения несколько капель раствора азотной кислоты. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой, перемешивают; 1 см³ раствора содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают; 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг железа.

Марганец металлический по ГОСТ 6008—90.

Стандартные растворы марганца:

Раствор А: 0,1000 г металлического марганца растворяют в 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор осторожно разбавляют водой, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки, перемешивают; 1 см³ раствора содержит 0,1 мг марганца.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки, перемешивают; 1 см³ раствора содержит 0,01 мг марганца.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Стандартные растворы хрома:

Раствор А: 0,2829 г двуххромовокислого калия, предварительно высушенного при температуре 180 °С до постоянной массы, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1,0 дм³, перемешивают; 1 см³ полученного раствора содержит 0,1 мг хрома.

Раствор Б: 10,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки; 1 см³ полученного раствора содержит 0,01 мг хрома.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76.

7.3. Проведение анализа

Отмеренный объем вытяжки (300—500 см³) помещают в стакан и упаривают до 5—10 см³, прибавляют 3—5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 0,5 см³ перекиси водорода, разбавляют водой до 20 см³, осторожно нагревают до полного разложения перекиси водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию излучения при следующих длинах волн:

медь — 324,7 нм;

цинк — 213,9 нм;

никель — 232,0 нм;

(Продолжение см. с. 50)

кобальт — 240,7 нм;
железо — 248,8 нм;
марганец — 279,5 нм;
хром — 357,9 нм.

При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора. Каждый раствор фотометрируют дважды и вычисляют среднее арифметическое значение абсорбции. Одновременно готовят контрольный раствор, где вместо уксуснокислой вытяжки используют 4 %-ный раствор уксусной кислоты.

По найденному значению абсорбции анализируемого раствора за вычетом значения абсорбции контрольного раствора по градуировочному графику находят массу определяемого элемента.

7.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают аликвотные части стандартных растворов по п. 7.2, содержащие 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг меди, цинка, никеля, кобальта, железа и марганца. В стаканы вместимостью 50—100 см³ вносят аликвотные части стандартного раствора хрома, содержащие 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,4 мг хрома, приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 0,5 см³ перекиси водорода, осторожно нагревают до полного разложения перекиси водорода, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³, в которых находятся аликвотные части стандартных растворов всех остальных определяемых элементов, доводят до метки дистиллированной водой.

П р и м е ч а н и е. Для построения градуировочного графика используют не менее пяти стандартных растворов. Содержание элементов в стандартных растворах выбирают в соответствии с определяемыми концентрациями.

Одновременно готовят раствор контрольного опыта.

Измеряют абсорбцию излучения для каждого элемента по п. 7.3. Строят градуировочный график, откладывая на оси ординат полученные значения абсорбции с учетом абсорбции контрольного опыта, на оси абсцисс — соответствующие им массы в миллиграммах.

7.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию каждого элемента (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,25 \cdot m}{V},$$

где m — масса элемента, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем вытяжки, взятой для анализа, дм³.

(Продолжение см. с. 51)

Должны соблюдаться требования к точности анализа всех элементов, приведенные в таблице (для доверительной вероятности 0,95).

Диапазон массовых концентраций, мг/дм ³	Допускаемое расхождение двух параллельных определений (сходимость), мг/дм ³	Допускаемое расхождение двух результатов анализа (воспроизводимость), мг/дм ³
От 0,05 до 0,15	0,02	0,03
Св. 0,15 до 0,30	0,05	0,08
» 0,30 » 0,60	0,10	0,15
» 0,60 » 2,00	0,20	0,30

8. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

Метод основан на восстановлении мышьяка до арсина металлическим цинком в сернокислой среде, восстановлении ионов серебра мышьяковистым водородом до металлического серебра с дальнейшей оценкой содержания мышьяка по интенсивности окраски зоны восстановления на индикаторной бумаге.

8.1. А п п а р а т у р а

Прибор Гутцайта (чертеж) состоит из конической колбы вместимостью 100 см³ с резиновой пробкой, через которую проходит стеклянная трубка, состоящая из двух частей: длинной и короткой диаметром 6—7 мм. Суженная часть трубки над пробкой служит для удержания рыхлого кусочка ваты, пропитанной раствором ацетата свинца и предназначенной для улавливания сероводорода. Концы обеих трубок вставлены в резиновые пробки, с помощью которых обеспечивается плотное соединение. Между частями трубок вкладывается фильтровальная бумага, пропитанная раствором азотнокислого серебра.

Для обеспечения плотного зажима фильтровальной трубки через пробки стягивают резиновыми кольцами.

Высота колбы и насадки равны.

8.2. Р е а к т и в ы, р а с т в о р ы

Вата.

Фильтровальная бумага.

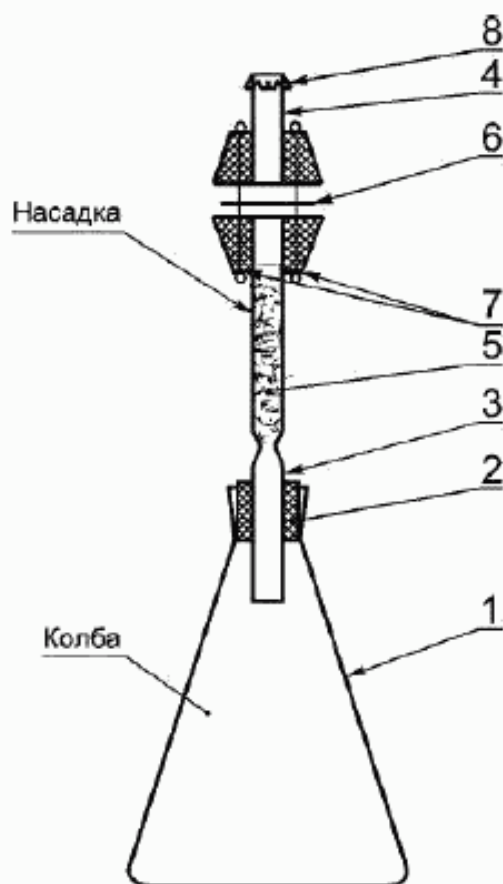
Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор 40 г/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Олово двухлористое 2-водное по ТУ 6—09—5393—88.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67, раствор 50 г/дм³.

(Продолжение см. с. 52)



- 1 — коническая колба с плоским дном;
2 — резиновая пробка; 3 — длинная
трубка; 4 — короткая трубка; 5 — вата;
6 — бумажный фильтр; 7 — резиновые
кольца; 8 — бумажный колпачок

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 50 г/дм³.

Цинк гранулированный без мышьяка.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор 300 г/дм³.

Оксид мышьяка (III).

Стандартные растворы мышьяка:

Раствор А: 0,1320 г оксида мышьяка (III) растворяют в 5 см³ раствора гидроксида натрия, разбавляют водой до 200 см³, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой, перемешивают. Массовая концентрация мышьяка в растворе А равна 0,0001 г/см³.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают. Массовая концентрация мышьяка в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

Раствор С: 5 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают. Массовая концентрация мышьяка в растворе С равна 0,0000005 г/см³.

(Продолжение см. с. 53)

Растворы Б и С готовят перед применением.

8.3. Проведение анализа

8.3.1. В трубку 3 (чертеж) вкладывают рыхлый комок ваты 5, пропитанной раствором ацетата свинца и предназначенной для улавливания сероводорода. Для подготовки к работе кусочек ваты выдерживают в течение 30 мин в растворе ацетата свинца и отжимают между несколькими слоями фильтровальной бумаги до полусухого состояния. Вата должна заполнять половину объема трубки. Фильтр диаметром 20 мм из фильтровальной бумаги погружают на 15—20 мин в свежеприготовленный раствор нитрата серебра, вынимают и высушивают на воздухе в темном месте на часовом стекле. Подготовленные таким образом фильтры вкладывают между частями трубки 3 и 4, соединяют пробки резиновыми кольцами. 50 см³ уксуснокислой вытяжки помещают в реакционную колбу прибора, добавляют 5 см³ серной кислоты, 0,2 г хлорида олова, 2—3 гранулы металлического цинка и немедленно закрывают колбу подготовленной насадкой. Сверху насадку прикрывают бумажным колпачком и ставят в темное место. В случае бурной реакции колбу охлаждают в холодной воде. По окончании выделения водорода (примерно через 60 мин) фильтр извлекают из насадки и сравнивают его окраску с окраской фильтров, соответствующих различному содержанию мышьяка в стандартных растворах (шкала сравнения). При определении мышьяка одновременно в нескольких пробах используют отдельные, но одинаковые по размерам приборы (чертеж).

8.3.2. Приготовление шкалы сравнения

В реакционные колбы прибора помещают 1—5 см³ стандартного раствора С, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,0020; 0,0025 мг мышьяка; еще одну колбу используют для проведения контрольного опыта. Во все шесть колб приливают 50 см³ раствора уксусной кислоты (40 г/дм³), добавляют 5 см³ серной кислоты и далее поступают, как указано в п. 8.2. Набор полученных фильтров используется в качестве шкалы сравнения. Подготовленная шкала соответствует содержанию мышьяка в вытяжках 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 мг/дм³.

8.3.3. Оценка результатов

По окраске фильтра устанавливают, к какому интервалу массовых концентраций относится испытуемая проба; результаты визуальной оценки (интервал) должны совпадать для двух параллельных определений. Если на верхней границе интервала содержание мышьяка в пробе является предельно допустимым, анализ повторяют. Окончательный результат

(Продолжение см. с. 54)

(Продолжение изменения № 4 к ГОСТ 24295—80)

анализа выражается массовой концентрацией, соответствующей верхней границе установленного интервала массовых концентраций мышьяка в пробе. Например, установлено, что массовая концентрация мышьяка в испытываемой пробе находится в интервале от 0,01 до 0,02 мг/дм³. Результат анализа выдается в виде: «не более 0,02 мг/дм³».

(ИУС № 10 2001 г.)