

Изменение № 2 ГОСТ 19251.2—79 Цинк. Метод определения свинца и кадмия
Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета
СССР по стандартам от 26.04.89 № 1108

Дата введения 01.01.90

На обложке и первой странице под обозначением стандарта указать обозначения: (ИСО 713—75, ИСО 1054—75).

Вводную часть дополнить абзацами: «При массовой доле кадмия свыше 0,01 % допускается полярографирование кадмия на хлоридно-аммиачном фоне при потенциале полувольты минус 0,85 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Стандарт полностью соответствует стандартам ИСО 713—75 и ИСО 1054—75».

Раздел 2. Раствор А. Заменить значения: 1 г на 1,0000 г; 0,2 г на 0,2000 г; раствор Б. Заменить значения: 0,1 г на 0,1000 г, 0,05 г на 0,0500 г; дополнить абзацами: «Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор 5 г/дм³.

Стандартный раствор кадмия: навеску кадмия массой 0,2500 г растворяют в 20 см³ азотной кислоты 1:3. Переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора кадмия содержит 0,5 мг кадмия.

Градуировочные растворы кадмия: в шесть конических колб вместимостью

(Продолжение см. с. 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 19251.2—79)

100 см³ помещают по 2,5 см³ раствора хлористого цинка, 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 3,0 см³ стандартного раствора кадмия, по 20 см³ соляной кислоты и 0,5 см³ азотной кислоты, нагревают, добавляют по 15 см³ воды и кипятят до удаления окислов азота. Охлаждают и переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³. Прибавляют по 40 см³ аммиака, 0,5 г сульфита натрия, 2,5 см³ раствора желатина. Доводят до метки водой и перемешивают.

Градуировочные растворы кадмия содержат 0; 1,0; 2,5; 5; 10 и 15 мг/дм³ кадмия».

Пункт 3.1. Третий абзац. Заменить значения и слова: 2,5 г на 2,5000 г, 1,0 г на 1,0000 г; 0,5 г на 0,5000 г; «10; 4 и 2 см³ соляной кислоты» на «60; 20 и 15 см³ азотной кислоты».

Таблица 2. Графа «Навеска, г». Заменить значения: 2,5 на 2,5000; 1,0 на 1,0000; 0,5 на 0,5000.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2: «3.2. При массовой доле кадмия более 0,01 % допускается полярографирование кадмия на хлоридно-аммиачном фоне. Навеску цинка массой 0,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, осторожно, небольшими порциями, прибавляют 20 см³ соляной кислоты и 0,5 см³ азотной кислоты и ведут растворение сначала без нагревания, а затем при нагревании. После полного растворения пробы добавляют 15 см³ воды и кипятят до удаления окислов азота. Охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Прибавляют 40 см³ аммиака, 0,5 г сульфита натрия, 2,5 см³ раствора желатина. Доводят до метки водой и перемешивают. Полученному раствору дают отстояться до осаждения гидроксида.

(Продолжение см. с. 71)

(Продолжение изменения к ГОСТ 19251.2—79)

Часть раствора пробь (контрольного опыта) заливают в полярографическую ячейку и полярографируют кадмий при потенциале полуволны минус 0,85 В относительно насыщенного каломельного электрода при оптимальных значениях диапазона тока. В аналогичных условиях полярографируют соответствующие градуировочные растворы кадмия. Полярографирование с применением полярографа переменного тока проводят при периоде капания ртути из капилляра 1—2,5 с и оптимальных значениях диапазона тока.

Из значений высот волн кадмия вычитают значения высот волн контрольного опыта и вычисляют содержание кадмия».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 3.

(Продолжение см. с. 72)

Таблица 3

Массовая доля элемента, %	Допускаемые расхождения параллельных определений, %		Допускаемые расхождения, результатов анализа, %	
	свинца	кадмия	свинца	кадмия
От 0,0005 до 0,0020 включ.	0,0003	0,0003	0,0004	0,0004
Св. 0,0020 » 0,0060 »	0,0006	0,0006	0,0008	0,0008
» 0,0060 » 0,0100 »	0,0010	0,0010	0,0015	0,0015
» 0,010 » 0,020 »	0,002	0,002	0,003	0,003
» 0,020 » 0,030 »	0,003	0,003	0,004	0,004
» 0,030 » 0,060 »	0,005	0,005	0,007	0,007
» 0,060 » 0,100 »	0,008	0,008	0,012	0,012
» 0,100 » 0,300 »	0,015	0,015	0,022	0,022
» 0,30 » 0,50 »	0,03	0,03	0,04	0,04
» 0,50 » 1,00 »	0,06	0,06	0,08	0,08
» 1,00 » 2,00 »	0,12	0,12	0,18	0,18
» 2,00 » 3,00 »	0,15	0,15	0,22	0,22

(ИУС № 7 1989 г.)