

Цинк

**АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА**

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Восточным научно-исследовательским горно-металлургическим институтом цветных металлов (ВНИИцветмет), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 504 «Цинк, свинец»

2 ВНЕСЕН Комитетом по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства промышленности и торговли Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 24 от 5 декабря 2003 г.), зарегистрирован Бюро по стандартам МГС № 4774

За принятие стандарта проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	Азстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдова-стандарт
Российская Федерация	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	Узстандарт
Украина	Госпотребстандарт Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 декабря 2004 г. № 101-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 23957.2—2003 введен в действие непосредственно в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2005 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 23957.2—80

© ИПК Издательство стандартов, 2005

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Цинк

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

Zinc.

Atomic-absorption method for determination of tin

Дата введения 2005—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения олова при массовой доле от 0,0005 % до 0,06 %.

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии олова 224,6 нм при введении анализируемых растворов и растворов сравнения в пламя ацетилен-воздух.

Цинк предварительно переводят в раствор путем кислотного разложения. Олово осаждают на гидроксиде железа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 860—75 Олово. Общие технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 23957.1—2003 Цинк. Атомно-абсорбционный метод определения свинца, кадмия, сурьмы, железа и меди

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Общие требования

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23957.1.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки.

Воздух, сжатый под давлением от $2 \cdot 10^5$ до $6 \cdot 10^5$ Па (от 2 до 6 атм.) в зависимости от используемого прибора.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

Закись азота в баллонах по нормативному документу.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» по [1].

Колбы конические или стаканы по ГОСТ 25336 вместимостью 250, 400, 500 см³.

Колбы мерные с одной меткой не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью 100, 1000 см³.

Пипетки с одной меткой по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 2 моль/дм³.

Олово по ГОСТ 860 марки не ниже О1.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849, солянокислые растворы 2 и 10 г/дм³; готовят растворением 1 и 5 г железа в 10 и 50 см³ соляной кислоты с добавлением нескольких капель азотной кислоты и переводят в мерные колбы вместимостью 500 см³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 2:3 (две части водного аммиака смешивают с тремя частями воды).

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:1.

Кислота винная по ГОСТ 5817.

Смесь кислот, содержащая 20 г/дм³ соляной, 180 г/дм³ азотной и 45 г/дм³ винной кислот.

Растворы известной концентрации.

Раствор А: 1,000 г металлического олова помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ соляной кислоты, закрывают колбу крышкой и оставляют на сутки без нагревания для растворения олова.

Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг олова.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 100 мкг олова.

Растворы сравнения, содержащие 5, 10, 20, 40 и 60 мкг/см³ олова, готовят из растворов А и Б. Для этого в 5 мерных колб вместимостью 100 см³ переносят 5, 10, 20 см³ раствора Б и 4 и 6 см³ раствора А. В каждую колбу добавляют по 10 см³ раствора, содержащего 10 г/дм³ железа, и по 17 см³ соляной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

Примечание — Допускается применение других реактивов и материалов, при условии достижения метрологических характеристик, не уступающих установленным настоящим стандартом.

5 Проведение анализа

Цинк поступает на анализ в виде стружки.

Навеску, отобранную в зависимости от массовой доли олова, помещают в стакан вместимостью 400—500 см³ и растворяют в растворе азотной кислоты (таблица 1).

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески пробы, г	Объем азотной кислоты 1:1 для растворения цинка, см ³	Объем раствора аммиака, необходимый для осаждения олова на гидроксиде железа, см ³	
			Водный аммиак	Раствор аммиака
От 0,0005 до 0,001 включ.	10,000	110	80	20
Св. 0,001 * 0,01 *	5,000	50	40	10
* 0,01 * 0,03 *	2,000	25	—	50
* 0,03 * 0,06 *	1,000	15	—	25

При необходимости растворы нагревают до полного растворения цинка. Раствор разбавляют водой до объема 120 см³, добавляют 5 см³ раствора, содержащего 2 г/дм³ железа, нагревают до 70 °С — 80 °С и приливают аммиак (таблица 1) до выпадения осадка гидроксида железа. Подогревают до коагуляции осадка и через 15—20 мин фильтруют через фильтр, приливая порциями по 5—7 см³. Стакан, где проводилось осаждение, и осадок на фильтре промывают один раз водой. Воронку с фильтром помещают в цилиндр вместимостью 15—20 см³ и растворяют осадок горячим раствором соляной кислоты, предварительно обмыв стакан, где проводилось осаждение, этим же раствором соляной кислоты. Общий объем раствора в цилиндре не должен превышать 10 см³.

При массовой доле свинца более 0,5 % осадок гидроксидов на фильтре растворяют горячей смесью кислот.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемой маркой прибора, используя трехщелевую горелку и обогащенное ацетиленом пламя (видны желтые языки пламени, величина их определяется флуктуациями фона. Расход ацетилена увеличивают до тех пор, пока флуктуации фона не мешают измерению поглощения линии олова).

Работают по градуировочному графику или методом «ограничивающих растворов». Метод «ограничивающих растворов» заключается в регистрации аналитических сигналов определяемых элементов в анализируемом растворе и двух растворах сравнения, один из которых имеет меньший, а другой больший аналитический сигнал, чем аналитический сигнал определяемых элементов в анализируемом растворе.

При использовании атомно-абсорбционных спектрометров в комплексе с компьютером обработка результатов измерений аналитических сигналов и вычисление результатов анализа предусмотрены программным обеспечением и проводятся в автоматическом режиме без вмешательства оператора.

Примечания

1 Допускается использование однощелевых горелок при условии достижения чувствительности определения олова, установленной настоящим стандартом, и метрологических характеристик, не уступающих приведенным в таблице 2.

2 Можно использовать пламя закиси азота-ацетилен при условии достижения метрологических характеристик, не уступающих приведенным в таблице 2.

6 Обработка результатов

6.1 Массовую долю олова C , %, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m_1 V}{m 1000} 100, \quad (1)$$

где m_1 — массовая концентрация олова в анализируемом растворе, мкг/см³;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески образца, мг;

1000 — коэффициент пересчета мг в мкг.

За результат анализа принимают среднеарифметическое, полученное из двух параллельных определений.

6.2 Допускаемые расхождения в процентах результатов двух параллельных определений (d — сходимость) и результатов двух анализов (D — воспроизводимость), погрешность результатов анализа (Δ) не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2 — Нормативы контроля и погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$)

В процентах

Массовая доля олова	Допускаемое расхождение результатов		Погрешность результатов анализа Δ	Относительное среднеквадратическое отклонение	
	двух параллельных определений d	двух анализов D		сходимости	воспроизводимости
0,00050	0,00015	0,00020	0,00014	0,10	0,13
0,0007	0,0001	0,0002	0,0001	0,06	0,08
0,0010	0,0002	0,0003	0,0002		
0,0020	0,0003	0,0004	0,0003		
0,0040	0,0006	0,0009	0,0006		
0,007	0,001	0,002	0,001		
0,010	0,002	0,003	0,002		
0,020	0,003	0,004	0,003		
0,040	0,006	0,009	0,006		
0,060	0,010	0,013	0,010		

Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d , %, и двух анализов одной и той же пробы D , %, для промежуточных массовых долей вычисляют по формулам:

$$d = S_{cx} \bar{x} Q(P, n); \quad (2)$$

$$D = S_a \bar{y} Q(P, m), \quad (3)$$

где S_{cx} — относительное среднеквадратическое отклонение сходимости (результатов двух параллельных определений);

S_a — относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (двух результатов анализа одной и той же пробы);

$\bar{x}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений;

$\bar{y}$ — среднеарифметическое значение двух результатов анализа;

$Q(P, n) = 2,77$ при $n = 2$, $P = 0,95$;

$Q(P, m) = 2,77$ при $m = 2$, $P = 0,95$.

Промежуточные значения погрешности результатов анализа Δ , допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d и двух результатов анализа одной и той же пробы D можно определять методом линейной интерполяции.

Библиография

- [1] ТУ 6-09-1678—95 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя лента)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Назейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 27.12.2004. Подписано в печать 20.01.2005. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55.
Тираж 190 экз. С 52. Зак. 29.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.

<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

Плр № 080102