ГОСТ 13938.5—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

Издание официальное

БЗ 4—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.3:546.47.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

Методы определения цинка

Copper. Methods for determination of zinc

ГОСТ 13938.5—78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения цинка в меди марок в соответствии с ГОСТ 859, за исключением М00к и М00б (при массовой доле цинка от 0,0005 до 0,006 %).

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 13938.1.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

2.1. Сущность метода

Метод основан на полярографическом определении цинка на фоне 1 М раствора йодида калия после предварительного отделения меди электролизом.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф с наложением переменного напряжения.

Азот в баллоне по ГОСТ 9293.

Вода бидистиллированная.

Аммоний роданистый.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, 5 М раствор, свежеприготовленный: 830 г растворяют в 1 дм^3 воды.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор 200 г/дм^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, и растворы 0,5 и 2 М.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Посуда для растворения навески меди и выпаривания растворов должна быть из кварца или жаростойкого стекла, не содержащего цинка.

Цинк по ГОСТ 3640.

Растворы цинка стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 1,000 г цинка растворяют при слабом нагревании в 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 1 мг цинка.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 2000
Переиздание с Изменениями

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг цинка.

Раствор В; готовят следующим образом: 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,01 мг цинка.

Растворы Б и В готовят перед применением.

Растворы цинка стандартные: в мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеривают 1,0; 2,0; 3,0 см³ раствора В. В четвертую колбу стандартный раствор не вводят (фон). Во все колбы приливают раствор гидрата окиси калия (200 г/дм³). Объем вводимого раствора гидрата окиси калия должен быть равен объему раствора, израсходованному при нейтрализации солянокислых элюатов при выполнении анализа меди.

Растворы нейтрализуют 2 н. раствором соляной кислоты до получения pH 1,5—2,0, используя в качестве индикатора полоску универсальной индикаторной бумаги. После нейтрализации приливают по 10 см³ раствора йодистого калия, раствор доливают до метки водой и перемешивают. Растворы содержат 0,2; 0,4; 0,6 мг/дм³ цинка (готовят непосредственно перед полярографированием).

Бумага индикаторная универсальная.

Метиловый оранжевый индикатор, раствор 1 г/дм³.

Фенолфталеин (индикатор) по НТД, спиртовой раствор 1 г/дм³.

Медь по ГОСТ 859.

Установка для электролиза с платиновыми сетчатыми электродами по ГОСТ 6563.

Смесь кислот для растворения: смешивают 100 см³ серной кислоты и 250 см³ воды, после охлаждения добавляют 70 см³ азотной кислоты.

Допускается применение других реактивов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в стандарте.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску меди массой 2,0 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, приливают 20—25 см³ смеси кислот для растворения, накрывают стакан покровным стеклом и нагревают до растворения навески, удаления основной массы оксидов азота. Стекло снимают, обмывают его водой над стаканом, в стакан приливают 100—150 см³ воды и нагревают раствор до температуры 40—50 °С. Погружают в раствор платиновые сетчатые электроды и проводят электролиз при плотности тока 2—3 А/дм² и напряжении 2—2,5 В, перемешивая раствор мешалкой. Когда в растворе останется 200—300 мг меди, что устанавливают сравнением с заранее приготовленным раствором меди, электролиз прекращают.

Вынимают катоды, промывают 2—3 раза водой, электролит нагревают и затем выпаривают до влажных солей. Приливают 20—30 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³. Добавляют 10 см³ раствора йодистого калия, разбавляют водой до метки и перемешивают. В сосуд для пропускания газа помещают часть раствора и пропускают азот в течение 10—15 мин.

Раствор переливают в электролизер и полярографируют в интервале потенциалов от минус 0,45 до минус 0,85 В. Одновременно полярографируют растворы контрольного опыта и стандартные растворы цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

3.1. Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и измерении атомной абсорбции цинка в пламени ацетилен-воздух.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, включающий лампу с цинковым полым катодом, горелки для пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух и распылительную систему.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Компрессор воздушный.

Вода бидистиллированная.

Кислота азотная, ос. ч., по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, или кислота азотная по ГОСТ 4461 (прокипяченная до удаления окислов азота).

Медь по ГОСТ 859.

Цинк по ГОСТ 3640.

Растворы цинка стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г цинка растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг цинка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,01 мг цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску меди массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты до удаления оксидов азота. Охлаждают раствор и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки. Полученный раствор меди распыляют в пламя атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию в пламени при длине волны 213,8 нм.

В растворе анализируемой пробы допускается определение содержания никеля (от 0,1 до 0,5 %), свинца (от 0,005 до 0,06 %), железа (от 0,01 до 0,08 %) и кобальта (от 0,005 до 0,2 %).

Одновременно проводят контрольный опыт со всеми применяемыми реактивами. Величину оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора.

Массу цинка в растворе определяют по градуировочному графику.

Допускается для определения массовой доли цинка использовать метод добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см³ стандартного раствора Б. Во все колбы прибавляют по 2 см³ раствора азотной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Измеряют абсорбцию приготовленных растворов, как указано в п. 3.3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям цинка строят градуировочный график. При построении графика значения сигнала фонового раствора вычитают из значения сигнала каждого стандартного раствора и проводят график из начала координат.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3.3. Допускается определение цинка из солянокислых растворов.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю цинка (X) в процентах при полярографическом определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V}{K \cdot m \cdot 10000},$$

где H — высота волны цинка, полученная при полярографировании анализируемого раствора, за вычетом высоты волны контрольного опыта, мм;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса меди, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для полярографирования, г;

K — величина отношения высоты волны цинка стандартного раствора к его концентрации, мм/мг/дм³.

Величину K для выбранной чувствительности прибора находят, полярографируя два стандартных раствора (близких по концентрации цинка и концентрации его в анализируемом растворе) в том же интервале потенциалов, и вычисляют по формуле

$$K = \frac{K_1 + K_2}{2},$$

где $K_1 = \frac{H_1}{C_1}$; $K_2 = \frac{H_2}{C_2}$,

где C_1, C_2 — концентрации стандартных растворов, мг/дм³;

H_1, H_2 — высоты волн, полученные при полярографировании стандартных растворов, за вычетом высоты волны раствора фона, мм.

4.2. Массовую долю цинка (X) при атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса цинка в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески меди, г.

4.3. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля цинка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0005
» 0,0030 » 0,0060	0,0006	0,0007

4.2, 4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

4.4. При разногласиях в оценке массовой доли цинка применяют атомно-абсорбционный метод.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Исключено, Изм. № 4).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Г.П. Гиганов, Е.М. Феднева, А.А. Бляхман, Е.Д. Шувалова, А.Н. Савельева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24.01.78 № 155

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 13938.5—68

4. Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 4740—85

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 859—78	Вводная часть, 2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3640—94	2.2; 3.2
ГОСТ 4232—74	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4658—73	2.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 6563—75	2.2
ГОСТ 9293—74	2.2
ГОСТ 11125—84	3.2
ГОСТ 13938.1—78	1
ГОСТ 20448—90	3.2
ГОСТ 24363—80	2.2

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (ноябрь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в марте 1979 г., апреле 1983 г., июне 1985 г., апреле 1988 г. (ИУС 5—79, 7—83, 8—85, 7—88)

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *О.Н.Власова*
Корректор *М.И.Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.11.99. Подписано в печать 28.12.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,53.
Тираж 146 экз. С 4139. Зак. 1070.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru