ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦИНК

МЕТОД АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА, КАДМИЯ, СУРЬМЫ, ЖЕЛЕЗА И МЕДИ

ГОСТ 23957.1—80

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Изменение № 2 ГОСТ 23957.1—80 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26.04.95)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт

УДК 669.5:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦИНК

Метод атомно-абсорбционного определения свинца, кадмия, сурьмы, железа и меди

ГОСТ 23957.1—80*

Zinc. Atomic-absorbic method for the determination of lead, cadmium antimony, iron and copper

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 января 1980 г. № 327 дата введения установлена

с 01.07.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения свинца, кадмия, сурьмы, железа и меди в цинке в интервале массовых долей:

свинца от 0,002 до 3,0 %;

кадмия от 0,001 до 0,3 %;

сурьмы от 0,01 до 0,05 %;

железа от 0,001 до 0,2 %;

меди от 0,0005 до 0,07 %.

Метод основан на измерении поглощения аналитических линий определяемых элементов при введении анализируемых и стандартных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя.

Цинк предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87.

1.2. Отбор и подготовка проб к анализу — по ГОСТ 3640—94 и ГОСТ 24231—80.

1.3. Массовые доли элементов определяют из двух параллельных навесок пробы.

1.4. Контроль правильности результатов проводят по ГОСТ 25086—87.

Навеску стандартного образца в зависимости от содержания контролируемого элемента отбирают в виде опилок или стружки и проводят анализ в соответствии с разд. 3.

Контроль правильности результатов проводят не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, аппаратуры после длительного перерыва в работе.

1.5. Требования безопасности — по ГОСТ 17261—77 с дополнениями.

Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны вредных веществ, выделяющихся при распылении анализируемых растворов в пламя и вредно действующих на организм работающего, в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации, горелка атомно-абсорбционного спектрофотометра должна находиться внутри вытяжного устройства, оборудованного защитным экраном.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

** Переиздание (январь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1985 г., июне 1996 г. (ИУС 2—86, 9—96)*

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1998

При анализе цинка применяют реактивы и материалы, оказывающие вредное действие на организм человека: свинец, соляная и азотная кислоты, ацетилен и аммиак.

Подготовка проб к анализу должна проводиться в шкафах, оборудованных местным отсасывающим устройством.

При использовании и эксплуатации сжатых, сжиженных и растворенных газов в процессе анализа требуется соблюдать правила устройства безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором СССР.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки.

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

Ацетилен в баллонах.

Весы лабораторные.

Колбы плоскодонные или конические по ГОСТ 25336—82 вместимостью 200—250 см^3.

Стаканы из термостойкого или химически стойкого стекла вместимостью 200—250 см^3.

Колбы мерные с одной меткой 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100, 200, 250, 500 и 1000 см^3.

Воронки простые конусообразные с коротким стеблем по ГОСТ 25336—82.

Пипетки по НТД вместимостью 5, 10, 15, 20, 25, 50 см^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1:3.

Свинец по ГОСТ 3778—77 (СТ СЭВ 142—75) марки не ниже С-2.

Кадмий по ГОСТ 1467—93 (СТ СЭВ 143—75).

Цинк по ГОСТ 3640—94 (СТ СЭВ 224—75), раствор 100 г/дм^3 готовят растворением 50 г цинка в минимальном количестве раствора азотной кислоты 1:3 и переведением в мерную колбу на 500 см^3.

Сурьма по ГОСТ 1089—82 не ниже марки Су00.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 400 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:10.

Медь по ГОСТ 859—78 не ниже марки М0 или электролитная.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849—86.

Стандартные растворы.

Стандартный раствор А. 1 г металлического свинца в виде стружки растворяют в 40 см^3 раствора азотной кислоты 1:3 при нагревании, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 2 мг свинца.

Стандартный раствор Б. 1 г металлического кадмия растворяют в 15 см^3 азотной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 1 мг кадмия.

Стандартный раствор В. 1 г измельченной в агатовой ступке металлической сурьмы и 15 г винной кислоты растворяют в 15 см^3 азотной кислоты при нагревании и переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 2 мг сурьмы.

Стандартный раствор Г. 1 г железа растворяют в 20 см^3 азотной кислоты при слабом нагревании, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Г содержит 1 мг железа.

Стандартный раствор Д. 0,4 г меди (предварительно промывают в растворе соляной кислоты 1:10 для снятия окисной пленки) растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Д содержит 400 мкг меди.

Стандартный раствор Е. По 10 см^3 стандартных растворов А, Б, В, Г и Д переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см³ раствора Е содержит по 200 мкг свинца и сурьмы, по 100 мкг кадмия и железа, 40 мкг меди.

Стандартный раствор Ж. 10 см³ раствора Е переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см³ раствора Ж содержит по 20 мкг свинца и сурьмы, по 10 мкг кадмия и железа, 4 мкг меди.

Растворы сравнения, содержащие от 0,2 до 200 мкг/см³ определяемых элементов, готовят из стандартных растворов А, Б, В, Г, Д, Е и Ж в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая концентрация определяемых элементов в растворах сравнения, мкг/см³			Объем исходного стандартного раствора, потребный для приготовления растворов сравнения, см³			Объем раствора сравнения, см³
свинец, сурьма	кадмий, железо	медь	А, Б, В, Г, Д	Е	Ж	
1	0,5	0,2	—	—	5	100
2	1	0,4	—	—	10	100
5	2,5	1	—	—	25	100
10	5	2	—	10	—	200
20	10	4	—	20	—	200
40	20	8	5	—	—	250
80	40	16	10	—	—	250
100	50	—	10	—	—	200
150	75	—	15	—	—	200
200	100	—	20	—	—	200

На каждые 100 см³ раствора сравнения добавляют по 10 см³ раствора азотной кислоты 1:3. Основой этих стандартных растворов служит дистиллированная вода. Однако, первые 4 стандартных раствора (табл. 1) готовят в двух сериях: 1) на основе дистиллированной воды для анализа растворов из навески 1 г; 2) на основе раствора цинка для анализа растворов из навески 2,5 г, концентрация которого 50 г/дм³. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят 50 см³, а в мерную колбу вместимостью 200 см³ — 100 см³ раствора цинка 100 г/дм³. Параллельно делают два контрольных раствора цинка 50 г/дм³, в которых определяют содержание интересующих примесей для последующей корректировки стандартных растворов, приготовленных на этой основе.

Если искривление графика (отклонение его от прямолинейного хода) не позволяет работать в приведенном в таблице интервале концентраций, то стандартные растворы готовят в пределах линейности графика.

Примечание. Допускается применение других реактивов и материалов, обеспечивающих получение показателей точности, установленных настоящим стандартом.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Цинк поступает на анализ в виде стружки.

Для образцов с массовой долей свинца меньше 0,01 %, кадмия и железа меньше 0,005 %, меди меньше 0,001 % масса навески равна 2,5 г. Для всех остальных образцов масса навески равна 1 г.

Если измерение ведется в режиме «поглощение» и линейность графика не охватывает указанный в таблице интервал концентраций, то можно использовать разбавление и навески, удобные в каждом конкретном случае, если они обеспечивают необходимую точность анализа.

Навеску помещают в термостойкую стеклянную коническую колбу или стакан вместимостью 200—250 см³, приливают 2,5 см³ раствора винной кислоты 400 г/дм³ (для образцов, в которых определяют сурьму) и 30 см³ раствора азотной кислоты 1:3 при навеске массой 2,5 г или 15 см³ при навеске массой 1 г. Смесь нагревают до растворения, упаривают до влажных солей, доводят кислотность (3 см³ азотной кислоты на объем 50 см³), охлаждают и переводят на объем 50 см³. При разложении проводят контрольный опыт в двух параллельных. Анализируемые растворы, полученные разложением образцов с массовой долей свинца 1 % и выше, разбавляют в 5 раз дистиллированной водой, кислотность растворов делают близкой к кислотности растворов сравнения.

Анализируемые и растворы сравнения распыляют в пламя и измеряют поглощение аналитических линий определяемых элементов, указанных в табл. 2. При измерении анализируемых растворов, полученных разложением из навесок массой 2,5 г, используют стандартные растворы, приготовленные на основе раствора цинка. Остальные анализируемые растворы измеряют по стандартным растворам на основе дистиллированной воды.

Диапазоны измерений определяют крайними растворами сравнения.

Таблица 2

Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм
Свинец	217,0 или 283,3
Кадмий	228,8
Сурьма	217,6
Железо	248,3
Медь	324,7

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором. Используют два способа измерения величины поглощения в зависимости от модели приборов. На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают или в режиме «концентрация» и тогда результат получают на табло в мкг/см^3, или в режиме «поглощение» методом «ограничивающих растворов» или по градуировочному графику. На остальных спектрофотометрах работают в режиме «поглощение» с записью на самопишущем потенциометре или со снятием показаний по стрелочному или цифровому прибору. Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для анализируемого раствора и двух стандартных растворов, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для анализируемого раствора.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Если измерение проводили на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют длину пиков в мм и строят градуировочный график в координатах: концентрация определяемого элемента в растворе C (мкг/см^3) — длина пиков L (мм). При измерении поглощения линии определяемого элемента по стрелочному или цифровому прибору градуировочный график строят в координатах: концентрация определяемого элемента в растворе C (мкг/см^3) — N показания стрелочного или цифрового прибора. Полученный результат в мкг/см^3 пересчитывают для получения результата (C) в процентах по формуле

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

где m_1 — содержание определяемого элемента в анализируемом растворе, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора с учетом коэффициента разбавления, см^3;

m — масса образца, мг;

1000 — коэффициент пересчета мг в мкг.

При расчетах необходимо учесть контрольный раствор, если содержание определяемых элементов в нем сравнимо с содержанием их в образце цинка. Для этого из содержания определяемого элемента в образце цинка вычитают содержание его в контрольном растворе.

За результаты анализа принимают среднее арифметическое, полученное из двух параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями и двумя результатами анализа одной пробы, рассчитанные для доверительной вероятности $P = 0,95$, не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %		Погрешность результатов анализа, %	Относительное среднее квадратическое отклонение	
		между параллельными определениями	между двумя результатами анализа		сходимости	воспроизводимости
Свинец	0,002	0,0003	0,0004	0,0003	0,06	0,08
	0,004 0,008 0,020	0,0006 0,001 0,003	0,0007 0,001 0,004	0,0005 0,0007 0,003	0,05	0,06
	0,040 0,050 0,060 0,070 0,080 0,090 0,10	0,004 0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,01	0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,010 0,01	0,004 0,005 0,005 0,006 0,007 0,007 0,007	0,035	0,04
	0,20 0,30 0,50 0,70 0,90 1,00 2,0 3,0	0,01 0,02 0,03 0,04 0,05 0,06 0,1 0,2	0,02 0,03 0,04 0,06 0,07 0,08 0,2 0,3	0,01 0,02 0,04 0,05 0,06 0,06 0,1 0,2	0,02	0,03
Кадмий	0,0010 0,0020	0,0002 0,0003	0,0002 0,0004	0,0002 0,0003	0,06	0,08
	0,0040 0,008 0,020	0,0006 0,001 0,003	0,0007 0,001 0,004	0,0005 0,0007 0,003	0,05	0,06
	0,040 0,050 0,060 0,070 0,080 0,090 0,10	0,004 0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,01	0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,010 0,01	0,004 0,005 0,005 0,006 0,007 0,007 0,007	0,035	0,04
	0,20 0,30	0,01 0,02	0,02 0,03	0,01 0,02	0,02	0,03
Сурьма	0,010 0,020	0,001 0,003	0,002 0,004	0,0007 0,003	0,05	0,06
	0,040 0,050	0,004 0,005	0,005 0,006	0,004 0,005	0,035	0,04
Железо	0,0010 0,0020	0,0002 0,0003	0,0002 0,0004	0,0002 0,0003	0,06	0,08
	0,0040 0,008 0,020	0,0006 0,001 0,003	0,007 0,001 0,004	0,0005 0,0007 0,003	0,05	0,06
	0,040 0,050 0,060 0,070 0,080 0,090 0,10	0,004 0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,01	0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,010 0,01	0,004 0,005 0,005 0,006 0,007 0,007 0,007	0,035	0,04
	0,20	0,01	0,02	0,01	0,02	0,03

Продолжение табл. 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %		Погрешность результатов анализа, %	Относительное среднее квадратическое отклонение	
		между параллельными определениями	между двумя результатами анализа		сходимости	воспроизводимости
Медь	0,00050	0,00010	0,00010	0,00006	0,07	0,03
	0,0010 0,0020	0,0002 0,0003	0,0002 0,0004	0,0002 0,0003	0,06	0,08
	0,0040 0,008 0,020	0,0006 0,001 0,003	0,0007 0,001 0,004	0,0005 0,0007 0,003	0,05	0,06
	0,040 0,050 0,060 0,070	0,004 0,005 0,006 0,007	0,005 0,006 0,007 0,008	0,004 0,005 0,005 0,006	0,035	0,04

Допускаемые расхождения между параллельными определениями (d) и двумя результатами анализа одной и той же пробы (D) вычисляют по формулам:

$$d = S_{сх} \cdot \bar{x} \cdot Q(P', n);$$

$$D = S_{в} \cdot \bar{y} \cdot Q(P', n),$$

где $S_{сх}$ — относительное среднее квадратическое отклонение сходимости (результатов параллельных определений);

$S_{в}$ — относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости (двух результатов анализа одной и той же пробы);

$\bar{x}$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений;

$\bar{y}$ — среднее арифметическое двух результатов анализа;

$Q(P', n)$ — критическое значение размаха выборки нормальной совокупности, равное 2,77 при $P' = 0,95$ и $n = 2$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 28.01.98. Подписано в печать 16.02.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 138 экз. С143. Зак. 106.

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

gost.e-ecolog.ru