ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦИНК

МЕТОД АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

ГОСТ 23957.2—80

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Изменение № 2 ГОСТ 23957.2—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 669.5:546.811.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦИНК

Метод атомно-абсорбционного определения олова

Zinc. Atomic-absorbic method for the determination of tin

ГОСТ 23957.2—80*

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 января 1980 г. № 80 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 олова в интервале концентраций от 0,0005 до 0,06 %.

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии олова 224,6 нм при введении анализируемых и стандартных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя.

Цинк переводят в солянокислый раствор, из которого осаждают олово на гидроокись железа.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23957.1—80.
(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 400—500 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.

Фильтры беззольные синяя лента.

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

Цилиндры и колбы мерные стеклянные по ГОСТ 1770—74.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

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

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1998

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и 2 н. раствор.

Олово по ГОСТ 860—75, марки не ниже 01.

Железо, восстановленное водородом, или железо карбонильное, солянокислые растворы 2 и 10 г/дм^3 готовятся растворением 1 и 5 г восстановленного железа в 10 и 50 см^3 соляной кислоты с добавлением нескольких капель азотной кислоты и переведением в мерные колбы на 500 см^3.Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 концентрированный, 10 %-ный раствор (2 части аммиака смешивают с 3 частями воды).

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

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Смесь кислот, содержащая 20 г/дм^3 соляной, 180 г/дм^3 азотной и 45 г/дм^3 винной.

Стандартные растворы.

Стандартный раствор А. 1 г металлического олова помещают в коническую колбу, приливают 50 см^3 соляной кислоты, закрывают колбу крышкой и оставляют на сутки без нагревания.

Растворившееся олово переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг олова.

Стандартный раствор Б. 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 100 мкг олова.

Растворы сравнения, содержащие 5, 10, 20, 40 и 60 мкг/см^3 олова, готовят из стандартных растворов А и Б. Для этого в 5 мерных колб вместимостью 100 см^3 переносят по 5, 10, 20 см^3 раствора Б и 4 и 6 см^3 раствора А. В каждую колбу добавляют по 10 см^3 раствора, содержащего 10 г/дм^3 железа, и по 17 см^3 соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

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.

Навеску, отобранную в зависимости от массовой доли олова, помещают в стакан вместимостью 400—500 см^3 и растворяют в растворе азотной кислоты 1:1 (табл. 1). При необходимости растворы нагревают до полного растворения цинка.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески пробы, г	Объем азотной кислоты 1:1 для растворения цинка, см^3	Суммарный объем раствора аммиака, необходимый для осаждения олова на гидроокиси железа	
			объем концентрированного раствора аммиака, см^3	объем 10%-ного раствора аммиака, см^3
От 0,0005 до 0,001	10,0	110	80	20
Св. 0,001 » 0,01	5,0	50	40	10
» 0,01 » 0,03	2,0	25	—	50
» 0,03 » 0,06	1,0	15	—	25

Разбавляют навеску водой до объема, примерно 120 см^3, добавляют 5 см^3 раствора, содержащего 2 г/дм^3 железа и приливают раствор аммиака до начала выпадания гидроокиси железа (примерное количество раствора аммиака указано в табл. 1). Значительный избыток аммиака растворяет часть олова. Во время приливания раствора аммиака навеску перемешивают стеклянной палочкой и при необходимости немного подогревают для полного осаждения гидроокиси железа. Через 15—20 мин навеску фильтруют через плотный фильтр (синяя лента). Чтобы осадок занимал минимальную площадь на фильтре, раствор следует приливать порциями по 5—7 см^3. Стакан, где проводилось осаждение гидроокисей, и осадок на фильтре промывают один раз водой. Осадок на фильтре растворяют 2 н. раствором соляной кислоты, нагретым до 70—90 °С, предварительно промыв этим раствором стакан, где проводилось осаждение гидроокисей. Собирают раствор в мерный цилиндр вместимостью 15—25 см^3. Объем раствора 10 см^3.

При массовой доле свинца более 0,5 % осадок гидроокисей на фильтре растворяют горячей смесью кислот, нагретой до температуры 70—90 °С. Смесь кислот следует нагревать осторожно, так как при чрезмерном нагревании она разбрызгивается.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемой маркой прибора, однако в любом случае используют 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). По возможности используют трехщелевую горелку. При измерении применяют метод «ограничивающих растворов» с записью на самопишущем потенциометре или снимают показания по стрелочному или цифровому прибору. Метод «ограничивающих растворов» означает получение отсчетов для анализируемого раствора и двух растворов сравнения, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для анализируемого раствора. На бумажной ленте самопишущего потенциометра записывают по два пика при измерении анализируемого или раствора сравнения. Растворы измеряют два раза.

Возможно использование пламени закись азота-ацетилен при условии достижения метрологических характеристик, не уступающих приведенным в табл. 2.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Длину пиков измеряют линейкой в мм, строят градуировочный график в координатах: концентрация олова в растворе C (мкг/см^3) — длина пиков L (мм). Если измерение проводят без самопишущего потенциометра по стрелочному прибору, то градуировочный график строят в координатах: концентрация олова C (мкг/см^3) — N показания стрелочного 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 олова в анализируемом растворе, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса образца, мг;

1000 — коэффициент пересчета мг в мкг.

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

4.2. Абсолютные 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. 2.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %		Погрешность результатов анализа, %	Относительное среднее квадратическое отклонение	
	между параллельными определениями	между двумя результатами анализа		сходимости	воспроизводимости
0,0005	0,00015	0,0002	0,00014	0,10	0,13
0,0007	0,0001	0,0002	0,0001		
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	0,06	0,08
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 между параллельными определениями (d) и двумя результатами анализа одной и той же пробы (D) вычисляют по формулам:

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

$$D = S_b \cdot \overline{y} \cdot Q(P', n),$$

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

S_b — относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости (двух результатов анализа одной и той же пробы);

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

$\overline{y}$ — 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 *О.Н.Власова*
Корректор *М.И.Першина*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

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. 0,47.
Тираж 134 экз. С 140. Зак. 107

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