МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# Цинк

# АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

Издание официальное

БЗ 10—2002/2156

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

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 индустрии 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**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.

**Издание официальное**

## 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 $см^3$.

Колбы мерные с одной меткой не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью 100, 1000 $см^3$.

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/$дм^3$.

Олово по ГОСТ 860 марки не ниже О1.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849, солянокислые растворы 2 и 10 г/$дм^3$; готовят растворением 1 и 5 г железа в 10 и 50 $см^3$ соляной кислоты с добавлением нескольких капель азотной кислоты и переводят в мерные колбы вместимостью 500 $см^3$.

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/$дм^3$ соляной, 180 г/$дм^3$ азотной и 45 г/$дм^3$ винной кислот.

Растворы известной концентрации.

Раствор А: 1,000 г металлического олова помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 50 $см^3$ соляной кислоты, закрывают колбу крышкой и оставляют на сутки без нагревания для растворения олова.

Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг олова.

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 растворов А и Б. Для этого в 5 мерных колб вместимостью 100 $см^3$ переносят 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 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 $см^3$ 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 см$^3$, добавляют 5 см$^3$ раствора, содержащего 2 г/дм$^3$ 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 см$^3$. Стакан, где проводилось осаждение, и осадок на фильтре промывают один раз водой. Воронку с фильтром помещают в цилиндр вместимостью 15—20 см$^3$ 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 см$^3$.

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 комплекте 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 метрологичееких характеристик, не уступающих приведенным в таблице 2.

2 Можно использовать пламя закись 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

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

где $m_1$ — массовая концентрация олова в анализируемом растворе, мкг/см$^3$;

$V$ — объем анализируемого раствора, см$^3$;

$m$ — 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 ($\Delta$) 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 | 0,0013 | 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:

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

$$D = S_{в} \bar{y}\, Q\,(P, m), \tag{3}$$

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

$S_{в}$ — 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)

УДК 669.5:546.811.06:006.354 МКС 77.120.60 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: цинк, атомно-абсорбционный метод, олово

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

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

gost.e-ecolog.ru