ГОСТ 23957.1—2003

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Цинк

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

Издание официальное

БЗ 10—2002/215а

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 техническими 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 23957.1—2003 введен в действие непосредственно в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2005 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 23957.1—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 СВИНЦА, КАДМИЯ, СУРЬМЫ, ЖЕЛЕЗА И МЕДИ

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

Дата введения 2005—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения свинца, кадмия, сурьмы, железа и меди в цинке при массовой доле, %:

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 растворов и растворов сравнения в пламя ацетилен-воздух.

Цинк предварительно переводят в раствор путем кислотного разложения.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 859—2001 Медь. Марки

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. 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 17261—77 Цинк. Спектральный метод анализа

ГОСТ 24231—80 Цветные металлы и сплавы. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

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

Издание официальное

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 3640 и ГОСТ 24231.

3.3 Массовые дли элементов определяют по двум параллельным навескам пробы.

3.4 Точность анализа контролируют по стандартным образцам, разработанным и утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов анализа, полученных по стандартизованным или другим аттестованным методикам, имеющим погрешность, не превышающую погрешность контролируемой методики, не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов или после длительного перерыва в работе.

3.5 Точность анализа по стандартным образцам контролируют проведением анализа стандартного образца одновременно с анализом проб. Анализ проб считают точным, если результат анализа стандартного образца отличается от аттестованной характеристики не более чем на $\sqrt{\Delta_{ат}^2 + 0{,}5D^2}$, где $\Delta_{ат}$ — погрешность аттестации стандартного образца, %; D — допускаемое расхождение результатов анализа, %.

3.6 Для контроля точности анализа методом добавок определяют массовую долю анализируемого компонента в цинке после добавления аликвотной части стандартного раствора компонента к пробе до проведения анализа.

Массу добавки выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал компонента увеличился в два-три раза по сравнению с аналитическим сигналом без добавки.

Массовую долю добавки вычисляют как разность массовых долей компонента в пробах с добавкой $C_{п+д}$ и без добавки $C_п$.

Анализ считают точным, если найденная добавка отличается от введенной не более чем на $0{,}71\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения результатов анализа пробы и пробы с добавкой соответственно, %.

3.7 При проведении контроля точности анализа сопоставлением результатов, полученных по разным стандартизованным или аттестованным методикам, анализ считается точным, если расхождение между результатами не превышает $0{,}71\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения результатов анализа, значения которых регламентированы в конкретных контролируемой и контрольной методиках анализа.

3.8 Требования безопасности — по ГОСТ 17261.

3.8.1 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.

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

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

3.8.3 При использовании и эксплуатации сжатых, сжиженных и растворенных газов в процессе анализа требуется соблюдать правила устройства безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные соответствующими национальными органами.

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.

Колбы конические или стаканы по ГОСТ 25336 вместимостью 200, 250 см^3.

Колбы мерные с одной меткой не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770, вместимостью 50, 100, 200, 250 500 и 1000 см^3.

Пипетки с одной меткой по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:3.

Свинец по ГОСТ 3778 марки не ниже С2.

Кадмий по ГОСТ 1467.

Цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки ЦВ, раствор 100 г/дм^3; готовят растворением 50 г цинка в минимальном количестве раствора азотной кислоты и переведением в мерную колбу вместимостью 500 см^3.

Сурьма по ГОСТ 1089 не ниже марки Су00.

Кислота винная по ГОСТ 5817 и раствор 400 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1:10.

Медь по ГОСТ 859 не ниже марки М0 или электролитная.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849.

Растворы известной концентрации.

Раствор А: 1,000 г металлического свинца в виде стружки растворяют в 40 см^3 раствора азотной кислоты при нагревании, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 2 мг свинца.

Раствор Б: 1,000 г металлического кадмия растворяют в 15 см^3 азотной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 1 мг кадмия.

Раствор В: 1,000 г измельченной в агатовой ступке металлической сурьмы и 15 г винной кислоты растворяют в 15 см^3 азотной кислоты при нагревании, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 2 мг сурьмы.

Раствор Г: 1,000 г железа растворяют в 20 см^3 азотной кислоты при слабом нагревании, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Г содержит 1 мг железа.

Раствор Д: 0,400 г меди (предварительно промытой в растворе соляной кислоты 1:10 для снятия оксидной пленки) растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Д содержит 400 мкг меди.

Раствор Е: по 10 см^3 стандартных растворов А, Б, В, Г, Д переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Е содержит по 200 мкг свинца и сурьмы, по 100 мкг кадмия и железа, 40 мкг меди.

Раствор Ж: 10 см^3 раствора Е переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 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/см^3 определяемых элементов, готовят из стандартных растворов А, Б, В, Г, Д, Е и Ж в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Растворы сравнения

Массовая концентрация определяемых элементов в растворах сравнения, мкг/см^3			Количество раствора, см^3, известной концентрации, необходимое для приготовления растворов сравнения			Объем раствора сравнения, см^3
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 $см^3$ раствора сравнения добавляют по 10 $см^3$ раствора азотной кислоты. Основой этих растворов сравнения служит дистиллированная вода. Первые четыре раствора сравнения (таблица 1) готовят двумя способами: 1) на основе дистиллированной воды (для анализа растворов из навески 1,000 г); 2) на основе раствора цинка, массовая концентрация которого составляет 50 $г/дм^3$ (для анализа растворов из навески 2,500 г). Для этого в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ переносят по 50 $см^3$, а в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ — по 100 $см^3$ раствора цинка. Одновременно готовят два контрольных раствора цинка массовой концентрацией 50 $г/дм^3$, в которых определяют (химическим, спектрографическим или атомно-абсорбционным методом) массовую концентрацию определяемых примесей с целью последующей корректировки концентрации их в растворах сравнения, приготовленных на основе цинка.

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.

Для образцов с массовой долей свинца меньше 0,01 %, кадмия и железа — меньше 0,005 %, меди — меньше 0,001 % масса навески должна быть равна 2,500 г. Для всех остальных образцов — 1,000 г.

Допускается использовать другие навески и разбавление анализируемых растворов, если обеспечивается необходимая точность анализа.

Навеску цинка помещают в термостойкую стеклянную коническую колбу или стакан вместимостью 200—250 $см^3$, приливают 2,5 $см^3$ раствора винной кислоты (для образцов, в которых определяют сурьму), 30 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:3) при навеске массой 2,500 г или 15 $см^3$ — при навеске массой 1,000 г и растворяют при нагревании. Упаривают до влажных солей, приливают 12 $см^3$ азотной кислоты (1:3), подогревают до растворения солей, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Одновременно с каждой из навесок 1,000 и 2,500 г проводят два контрольных опыта для внесения в результаты анализа поправок на содержание свинца, кадмия, сурьмы, железа и меди в используемых реактивах.

Анализируемые растворы, полученные разложением образцов с массовой долей свинца 1 % и выше, разбавляют в пять раз: 10 $см^3$ анализируемого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, приливают 3 $см^3$ азотной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

Анализируемые растворы и растворы сравнения распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомное поглощение определяемых элементов по аналитическим линиям с длинами волн, приведенными в таблице 2.

Таблица 2 — Аналитические линии определяемых элементов

В нанометрах

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

При работе с растворами, полученными разложением навесок массой 2,500 г, используют растворы сравнения, приготовленные на основе цинка. В остальных случаях используют растворы сравнения, приготовленные на основе воды.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

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.

6 Обработка результатов

6.1 Массовую долю определяемого элемента C, % вычисляют по формуле

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

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

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

m — масса навески образца, мг;

1000 — коэффициент пересчета мг в мкг.

При расчетах необходимо учесть содержание определяемых элементов в контрольном растворе, для этого из содержания определяемого элемента в образце цинка вычитают содержание его в контрольном растворе.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при положительном результате контроля сходимости.

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 3.

Таблица 3 — Нормативы контроля и погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$)

В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля	Допускаемое расхождение результатов		Погрешность результатов анализа Δ	Относительное среднеквадратическое отклонение	
		двух параллельных определений d	двух анализов D		сходимости	воспроизводимости
Свинец	0,0020	0,0003	0,0004	0,0003	0,06	0,08
	0,0040 0,0080 0,020	0,0006 0,0010 0,003	0,0007 0,0010 0,004	0,0005 0,0007 0,003	0,05	0,06
	0,040 0,050 0,060 0,070 0,080 0,090 0,100	0,004 0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,010	0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,010 0,010	0,004 0,004 0,005 0,006 0,006 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 0,03 0,04 0,05 0,06 0,1 0,2	0,02	0,03
Кадмий	0,0010 0,0020	0,0002 0,0003	0,0002 0,0004	0,0001 0,0003	0,06	0,08
	0,0040 0,0080 0,020	0,0006 0,0010 0,003	0,0007 0,0010 0,004	0,0005 0,0007 0,003	0,05	0,06

Окончание таблицы 3

В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля	Допускаемое расхождение результатов		Погрешность результатов анализа Δ	Относительное среднеквадратическое отклонение	
		двух параллельных определений *d*	двух анализов *D*		сходимости	воспроизводимости
Кадмий	0,040 0,050 0,060 0,070 0,080 0,090 0,100	0,004 0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,010	0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,010 0,010	0,004 0,004 0,005 0,006 0,006 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	0,001 0,003	0,05	0,06
	0,040	0,004	0,005	0,004	0,035	0,04
	0,050	0,005	0,006	0,004		
Железо	0,0010 0,0020	0,0002 0,0003	0,0002 0,0004	0,0001 0,0003	0,06	0,08
	0,0040 0,0080 0,020	0,0006 0,0010 0,003	0,0007 0,0010 0,004	0,0005 0,0007 0,003	0,05	0,06
	0,040 0,050 0,060 0,070 0,080 0,090 0,100	0,004 0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,010	0,005 0,006 0,007 0,008 0,009 0,010 0,010	0,004 0,004 0,005 0,006 0,006 0,007 0,007	0,035	0,04
	0,20	0,01	0,02	0,01	0,02	0,03
Медь	0,00050	0,00010	0,00010	0,00007	0,07	0,03
	0,0010 0,0020	0,0002 0,0003	0,0002 0,0004	0,0001 0,0003	0,06	0,08
	0,0040 0,0080 0,020	0,0006 0,0010 0,003	0,0007 0,0010 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 0,004 0,005 0,006	0,035	0,004

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.

УДК 669.5:543.06:006.354 МКС 77.120.60 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: цинк, атомно-абсорбционный метод, свинец, кадмий, сурьма, железо, медь

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
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. 1,40. Уч.-изд.л. 0,85.
Тираж 190 экз. С 51. Зак. 30.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.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