ГОСТ 851.13—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Метод определения цинка

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 17 февраля 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 20 февраля 1996 г. № 84 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.13—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Группа В59

ГОСТ 851.13—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Метод определения цинка

Primary magnesium. Method for determination of zinc

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения цинка (при массовой доле цинка от 0,0005 до 0,020 %) в магнии первичном.

Метод основан на измерении атомной абсорбции цинка в пламени ацетилен-воздух при длине волны 213,9 нм.

1 Общие требования

1.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

1.2 Массовую долю цинка определяют из двух параллельных навесок.

2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником возбуждения спектральной линии цинка.

Ацетилен — по ГОСТ 5457.

Кислота азотная — по ГОСТ 11125.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и 1:99.

Цинк — по ГОСТ 3840.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Вода бидистиллированная.

Стандартные растворы цинка

Раствор А: 0,100 г цинка растворяют в 30 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг цинка.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг цинка.

Раствор В: 1 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора В содержит 1 мкг цинка.

Издание официальное

3 Проведение анализа

3.1 Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, доливают 10 см³ воды, 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и ведут растворение вначале при комнатной температуре, а затем при нагревании на электроплите.

После полного растворения навески добавляют 3—4 капли азотной кислоты и кипятят в течение 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора контрольного опыта в стакан вместимостью 200 см³ помещают 10 см³ воды, 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1), нагревают до кипения, прибавляют 3—4 капли азотной кислоты и далее поступают, как указано выше.

Растворы контрольного опыта и пробы распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию при длине волны 213,9 нм.

Перед измерением атомной абсорбции растворов пробы и контрольного опыта проводят построение градуировочного графика или градуировку прибора, если он работает в автоматизированном режиме.

3.2 Построение градуировочных графиков

При массовой доле цинка от 0,0005 до 0,0020 % в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 2,5; 4,0; 5,5; 7,0; 8,5; 10,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует массовой концентрации цинка 0,05; 0,08; 0,11; 0,14; 0,17; 0,20 мкг/см³.

Раствор седьмой колбы является раствором контрольного опыта.

При массовой доле цинка от 0,002 до 0,010 % в пять из шести мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации цинка 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мкг/см³.

Раствор шестой колбы является раствором контрольного опыта.

При массовой доле цинка от 0,01 до 0,02 % в шесть из семи мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации цинка 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0 мкг/см³.

Раствор седьмой колбы является раствором контрольного опыта.

Растворы во всех колбах доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки, перемешивают, распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию при длине волны 213,9 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям цинка в мкг/см³ строят градуировочные графики в соответствии с ГОСТ 25086.

При построении градуировочных графиков каждую точку строят по среднему арифметическому результату трех определений атомной абсорбции.

3.3 Градуировка спектрофотометра

При массовой доле цинка от 0,0005 до 0,0020 % в три из четырех мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 2,5; 6,0; 10,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует массовой концентрации цинка 0,05; 0,12; 0,20 мкг/см³.

Раствор четвертой колбы является раствором контрольного опыта.

При массовой доле цинка от 0,002 до 0,010 % в три из четырех мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 1,0; 3,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации цинка 0,2; 0,6; 1,0 мкг/см³.

Раствор четвертой колбы является раствором контрольного опыта.

При массовой доле цинка от 0,01 до 0,02 % в три из четырех мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации цинка 0,5; 0,75; 1,0 мкг/см³.

Раствор четвертой колбы является раствором контрольного опыта.

Растворы во всех колбах доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки, перемешивают, распыляют в пламя ацетилен-воздух в последовательности: вначале раствор контрольного опыта, а затем стандартные растворы в порядке возрастания концентрации цинка и проводят градуировку прибора. Измерение атомной абсорбции проводят при длине волны 213,9 нм.

4 Обработка результатов анализа

4.1 Массовую долю цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot 10^{-6} \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C — массовая концентрация цинка в растворе пробы, мкг/см^3;

C_0 — массовая концентрация цинка в растворе контрольного опыта, мкг/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0002	0,0003	0,0002
Св. 0,0015 » 0,0050 »	0,0003	0,0005	0,0004
» 0,0050 » 0,0200 »	0,0005	0,0008	0,0006

4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор Б или В.

4.4 При оформлении результатов анализа делают ссылку на данный стандарт и указывают метод и результаты контроля точности.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер раздела, пункта
ГОСТ 8.315—97	Раздел 2	ГОСТ 11125—84	Раздел 2
ГОСТ 3840—79	Раздел 2	ГОСТ 14261—77	Раздел 2
ГОСТ 5457—75	Раздел 2	ГОСТ 25086—87	1.1; 3.2; 4.3

gost.e-ecolog.ru