ГОСТ 19251.7—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦИНК

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 8—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Восточным научно-исследовательским горно-металлургическим институтом цветных металлов (ВНИИцветмет)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Казахстан

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15 марта 1994 г. (Отчет № 1 МГС)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
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 19 июня 1996 г. № 387 межгосударственный стандарт ГОСТ 19251.7—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1996

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Требования безопасности 2
5 Атомно-абсорбционный метод 2
5.1 Аппаратура, реактивы и растворы 2
5.2 Проведение анализа 4
5.2.1 Определение алюминия в интервале массовых долей от 0,01 до 0,03 % 4
5.2.2 Определение алюминия в интервале массовых долей от 0,002 до 0,01 % 4
5.3 Обработка результатов 4
6 Фотометрический метод 5
6.1 Аппаратура, реактивы и растворы 5
6.2 Проведение анализа 6
6.3 Обработка результатов 7
Приложение А Библиография 8

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦИНК

Методы определения алюминия

Zinc.
Methods of aluminium determination

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на цинк марок ЦВ, ЦВ0, Ц0А, Ц0, Ц1, Ц2 по ГОСТ 3640 и устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрический методы определения содержания алюминия в интервале массовых долей от 0,002 до 0,03 %.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 3118—77 (СТ СЭВ 4276—83) Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760—79 (СТ СЭВ 3858—82) Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4217—77 (СТ СЭВ 1697—79) Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 (СТ СЭВ 3855—82) Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 10929—76 (СТ СЭВ 5768—86) Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 19251.0—79 Цинк. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 23957.1—80 Цинк. Метод атомно-абсорбционного определения свинца, кадмия и сурьмы

ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 25336—82 (СТ СЭВ 2945—81, СТ СЭВ 4023—83, СТ СЭВ 4975—85, СТ СЭВ 4976—85) Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27068—86 (СТ СЭВ 223—85) Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 19251.0 и ГОСТ 23957.1.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности — по ГОСТ 23957.1 и ГОСТ 19251.0.

5 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии алюминия 309,3 нм при введении растворов проб и растворов сравнения в пламя ацетилен — закись азота.

Пробы цинка переводят в раствор кислотным разложением.

При определении алюминия в интервале массовых долей от 0,01 до 0,03 % фотометрируют растворы, полученные непосредственно после растворения пробы в кислоте; при определении в интервале массовых долей от 0,002 до 0,01 % алюминий предварительно концентрируют осаждением на гидроксиде железа.

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки с источником излучения на алюминий.

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

Колбы плоскодонные или конические вместимостью 200 — 250 $см^3$ и стаканы из термостойкого или химически стойкого стекла вместимостью 250 — 400 $см^3$ — по ГОСТ 25336.

Ацетилен в баллонах.

Закись азота в баллонах.

Фильтры обеззоленные синяя лента — по [1].

Кислота азотная — по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:3, 1:1.

Кислота соляная — по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный — по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1,5.

Водорода пероксид — по ГОСТ 10929.

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

Раствор железа: 0,5 г железа растворяют в 50 $см^3$ соляной кислоты с добавлением нескольких капель азотной кислоты (1:3), переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 10 мг железа.

Алюминий металлический гранулированный — по [2].

Калий хлористый — по ГОСТ 4234, раствор 191 $г/дм^3$.

Калий азотнокислый — по ГОСТ 4217, раствор 260 $г/дм^3$.

Стандартные растворы и растворы сравнения:

Стандартный раствор А: 1,000 г металлического алюминия растворяют в 50 $см^3$ соляной кислоты при нагревании, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора А содержит 1000 мкг алюминия.

Стандартный раствор Б: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора Б содержит 100 мкг алюминия.

Стандартный раствор В: 10 $см^3$ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора В содержит 10 мкг алюминия.

Растворы сравнения: в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отмеривают пипетками стандартные растворы Б и В согласно таблице 1.

Таблица 1 — Приготовление растворов сравнения

Массовая концентрация алюминия в растворе сравнения, мкг/$см^3$	Объем стандартного раствора, $см^3$	
	Б	В
1	—	10
2	—	20
5	5	—
10	10	—
20	20	—

Растворы сравнения готовят в двух сериях:

I серия — в каждую из мерных колб прибавляют по 3 $см^3$ раствора азотнокислого калия, по 6 $см^3$ азотной кислоты (1:1), разбавляют водой до метки и перемешивают;

II серия — в каждую из мерных колб прибавляют по 3 $см^3$ раствора хлористого калия, по 2 $см^3$ раствора железа и по 30 $см^3$ раствора соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

5.2 Проведение анализа

5.2.1 *Определение алюминия в интервале массовых долей от 0,01 до 0,03 %*

Навеску цинка массой 1,000 г помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 200 — 250 $см^3$, приливают 15 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:3) и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, добавляют 1,5 $см^3$ раствора азотнокислого калия, переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Анализируемые растворы и растворы сравнения I серии распыляют в пламя закись азота — ацетилен и измеряют поглощение аналитической линии алюминия 309,3 нм.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором. На спектрофотометрах, имеющих режимы работы "концентрация" и "поглощение", 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 спектрофотометрах, имеющих режим работы "поглощение", работают в этом режиме методом "ограничивающих растворов" или по градуировочному графику.

5.2.2 *Определение алюминия в интервале массовых долей от 0,002 до 0,01 %*

Навеску цинка массой 5,000 г помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$ и растворяют в 50 $см^3$ азотной кислоты (1:1) без нагревания, добавляют 1 $см^3$ пероксида водорода, разбавляют водой до объема примерно 120 $см^3$, прибавляют 1 $см^3$ раствора железа и приливают 90 $см^3$ раствора аммиака, перемешивая пробу стеклянной палочкой. Подогревают раствор на плите до коагуляции осадка. Через 15—20 мин пробу фильтруют через плотный фильтр (синяя лента). Стакан, в котором проводили осаждение гидроксидов, и осадок на фильтре промывают один раз водой. Осадок на фильтре растворяют в 15 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1), нагретого до 70 — 90 °С, предварительно промыв этим раствором стакан, в котором проводили осаждение гидроксидов. Собирают раствор в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, в которую предварительно помещают 1,5 $см^3$ раствора хлористого калия, доводят до метки водой и перемешивают.

Анализируемые растворы и растворы сравнения II серии распыляют в пламя закись азота — ацетилен и измеряют поглощение аналитической линии алюминия. Условия измерения — по 5.2.1.

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Массовую долю алюминия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot 10000}, \quad (1)$$

где m_1 — массовая концентрация алюминия в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику или методом "ограничивающих растворов", мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески цинка, г.

5.3.2 Абсолютные допускаемые расхождения (%) результатов двух параллельных определений (d — показатель повторяемости) и результатов двух анализов (D — показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице 2 (определение алюминия по 5.2.2) и таблице 3 (определение алюминия по 5.2.1).

Таблица 2 — Абсолютные допускаемые расхождения

В процентах

Массовая доля алюминия	d	D
0,0020 0,0050 0,010	0,0004 0,0006 0,001	0,0005 0,0007 0,001

Таблица 3 — Абсолютные допускаемые расхождения

В процентах

Массовая доля алюминия	d	D
0,010 0,030	0,002 0,003	0,002 0,004

Абсолютные допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей алюминия рассчитывают методом линейной интерполяции.

6 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения алюминия с хромазуролом С(S) при pH = 5,7 — 5,8 и измерении его оптической плотности при длине волны 590 нм. Мешающее влияние железа устраняют восстановлением аскорбиновой кислотой; медь маскируют тиосульфатом натрия.

6.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Колбы кварцевые — по ГОСТ 19908 вместимостью 250 $см^3$.

Кислота азотная — по ГОСТ 4461.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1, 1:3 и раствор 0,1 моль/$дм^3$.

Кислота аскорбиновая, раствор 10 г/$дм^3$, свежеприготовленный.

Аммиак водный — по ГОСТ 24147, разбавленный 1:10.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) — по ГОСТ 27068, раствор 50 г/$дм^3$, свежеприготовленный.

Натрий уксуснокислый — по ГОСТ 199, раствор 2 моль/$дм^3$.

Хромазурол С (S) — по [3], раствор 1 г/$дм^3$.

Бумага индикаторная универсальная — по [4].

Цинк — по ГОСТ 3640, марки ЦВ00.

Раствор цинка: 5,000 г цинка растворяют при нагревании в 70 $см^3$ соляной кислоты (1:1) с добавлением 6—7 капель азотной кислоты. Раствор выпаривают до влажных солей. Остаток растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 10 мг цинка.

Алюминий металлический гранулированный — по [2].

Стандартные растворы алюминия:

Раствор А: 0,100 г алюминия растворяют при нагревании в 50 $см^3$ соляной кислоты (1:3), охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг алюминия.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг алюминия.

Раствор В: 10 $см^3$ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора В содержит 0,001 мг алюминия.

Растворы Б и В готовят в день применения.

6.2 Проведение анализа

6.2.1 Навеску цинка массой 0,500 г помещают в коническую кварцевую колбу вместимостью 250 $см^3$ и растворяют при нагревании в 10 $см^3$ соляной кислоты (1:1) с добавлением 6—7 капель азотной кислоты. Раствор выпаривают до влажных солей. Остаток растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 10 $см^3$ (при массовой доле алюминия до 0,01 %) или 2 $см^3$ (при массовой доле алюминия свыше 0,01 %) помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 2 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты и осторожно нейтрализуют аммиаком (1:10) до pH=5 по универсальной индикаторной бумаге. Раствор переносят

в мерную колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют водой до объема примерно 25 см^3, прибавляют 1,5 см^3 раствора тиосульфата натрия, обмывают стенки колбы водой, приливают 2,5 см^3 раствора соляной кислоты 0,1 моль/дм^3, 1,0 см^3 раствора хромазурола С(S), 2,5 см^3 раствора уксуснокислого натрия, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Разбавляют водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны 590 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор, содержащий те же количества аскорбиновой кислоты, тиосульфата натрия, соляной кислоты, хромазурола С(S) и уксуснокислого натрия. Одновременно с проведением анализа проводят контрольный опыт со всеми применяемыми в ходе анализа реактивами и в тех же условиях. Содержание алюминия устанавливают по градуировочным графикам.

6.2.2 Для построения градуировочных графиков в стаканы вместимостью 50 см^3 помещают 0, 1, 2, 3, 4 и 5 см^3 раствора В, что соответствует 0, 1, 2, 3, 4 и 5 мкг алюминия, прибавляют 5 см^3 раствора цинка (при массовой доле алюминия до 0,01 %) или 1 см^3 раствора цинка (при массовой доле алюминия свыше 0,01 %), прибавляют 2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и далее поступают так, как описано в 6.2.1.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им содержаниям алюминия строят градуировочные графики.

6.3 Обработка результатов

6.3.1 Массовую долю алюминия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 10000}, \qquad (2)$$

где m_1 — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем исходного раствора, см^3;

m — масса навески цинка, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

6.3.2 Абсолютные допускаемые расхождения (%) результатов двух параллельных определений (d — показатель повторяемости) и результатов двух анализов (D — показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 — Абсолютные допускаемые расхождения

В процентах

Массовая доля алюминия	*d*	*D*
0,0020	0,0005	0,0007
0,0050	0,0007	0,0011
0,010	0,001	0,002
0,030	0,004	0,006

Абсолютные допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей алюминия рассчитывают методом линейной интерполяции.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

БИБЛИОГРАФИЯ

1 ТУ 6—09—1678—86 Фильтры обеззоленные синяя лента
2 ТУ 6—09—3742—87 Алюминий гранулированный ч.д.а., ч.
3 ТУ 6—09—05—1175—82 Хромазурол С(S)
4 ТУ 6—09—1181—89 Бумага универсальная индикаторная

УДК 669.5:543.06:001.4 ОКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: межгосударственный стандарт, методы атомно-абсорбционного и фотометрического определения, цинк, алюминий, повторяемость (сходимость), воспроизводимость, допускаемые расхождения

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.С. Юфина*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.10.96. Подписано в печать 10.12.96.
Усл.печ.л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,65. Тираж 245 экз. С 4025. Зак. 581.

gost.e-ecolog.ru

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6