МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

Издание официальное

БЗ 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.6 : 546.47.06 : 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

Методы определения цинка

Tin. Methods for determination of zinc

ГОСТ 15483.9—78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле цинка от 0,0003 до 0,002 %), атомно-абсорбционный (при массовой доле цинка от 0,001 до 0,002 %) методы определения цинка и визуальный колориметрический метод определения содержания цинка (при массовой доле цинка от 0,00001 до 0,00003 %).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 15483.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на фотометрировании окрашенного комплекса с дитизоном в четыреххлористом углероде. Пробу разлагают в смеси соляной и бромистоводородной кислот и брома. Олово отгоняют в виде бромида.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Воронки делительные вместимостью 50, 150 и 300—400 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 100 и 25 $см^3$ с притертыми пробками.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленная 1 : 1.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения: 25 $см^3$ соляной кислоты, 25 $см^3$ бромистоводородной кислоты и 15 $см^3$ брома.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 200.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Кислота уксусная особой чистоты по ГОСТ 18270.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Буферный ацетатный раствор pH 4,7 : 136 г уксуснокислого натрия растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, приливают 60 $см^3$ уксусной кислоты, доводят до метки водой, перемешивают. Раствор очищают дитизоном, для чего 100 $см^3$ раствора встряхивают с раствором дитизона с массовой долей 0,005 % в четыреххлористом углероде порциями по 2—3 $см^3$ до тех пор, пока не перестанет изменяться цвет дитизона. Затем оставшиеся капли дитизона извлекают четыреххлористым углеродом и раствор фильтруют через небольшой беззольный фильтр.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), раствор с массовой долей 50 %. Очищают дитизоном так же, как буферный раствор.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по НТД, приблизительно раствор с массовой долей 0,05 % (запасной): 50 мг дитизона растворяют в 50 $см^3$ четыреххлористого углерода, раствор переносят в делительную воронку и дважды встряхивают со 100 $см^3$ раствора аммиака, разбавленного 1 : 200. Аммиачные растворы сливают вместе, приливают 100 $см^3$ четыреххлористого углерода, прибавляют по каплям соляную кислоту, разбавленную 1 : 1, до слабокислой реакции и встряхивают растворы до обесцвечивания водного слоя. Раствор дитизона в четыреххлористом углероде переносят в чистую воронку, промывают, дважды встряхивая с водой, фильтруют через сухой фильтр в сухую склянку из темного стекла. Раствор хранят в прохладном месте.

Дитизон: приблизительно раствор с массовой долей 0,005 %; готовят в день применения разбавлением запасного раствора четыреххлористым углеродом в 10 раз.

Цинк по ГОСТ 3640.

Растворы цинка стандартные.

Раствор А (запасной): 0,1000 г металлического цинка растворяют в 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г цинка.

Раствор Б; готовят в день применения: 10 $см^3$ запасного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г цинка.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Смесь хромовая: раствор с массовой долей 10 % двухромовокислого калия в концентрированной серной кислоте.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Посуду, необходимую для проведения анализа, моют последовательно хромовой смесью, соляной кислотой, водой и обмывают не менее двух раз дистиллированной водой.

2.3.2. Навеску олова массой 1,0000 г помещают в стакан вместимостью 250—300 $см^3$ (или фарфоровую чашку вместимостью 100—150 $см^3$), приливают 10 $см^3$ смеси для растворения, накрывают часовым стеклом и оставляют без нагревания до полного растворения навески.

Затем обмывают часовое стекло 3 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха при умеренном нагревании. К охлажденному остатку приливают 5 $см^3$ смеси и снова выпаривают досуха. Обработку 5 $см^3$ смеси повторяют до полного удаления олова. К сухим солям приливают 5 $см^3$ соляной кислоты, несколько капель перекиси водорода и выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой и перекисью водорода повторяют.

К сухому остатку приливают 4 $см^3$ воды, накрывают часовым стеклом и подогревают до растворения солей. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 50 $см^3$, обмывают стакан 4 $см^3$ воды в два приема. К раствору в делительной воронке приливают 4 $см^3$ буферного ацетатного раствора, 1 $см^3$ серноватистокислого натрия, прибавляют 5 $см^3$ раствора дитизона с массовой долей 0,005 % и встряхивают в течение 1 мин. После разделения слоев органический слой сливают в сухую мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 25 $см^3$. Экстракцию с 5 $см^3$ дитизона повторяют до тех пор, пока новая порция дитизона не изменит свой цвет. Объединенные экстракты доводят до метки дитизоном, перемешивают и фильтруют раствор через сухой беззольный фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 540 нм или на фотоэлектроколориметре, пользуясь светофильтром с областью светопропускания 530—550 нм и кюветами с оптимальной толщиной слоя. В качестве раствора сравнения применяют раствор дитизона с массовой долей 0,005 %.

Из показаний оптической плотности анализируемого раствора вычитают показания оптической плотности контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.3. Построение градуировочного графика. В делительные воронки вместимостью 50 $см^3$ отмеряют пипеткой или микробюреткой 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 $см^3$ стандартного раствора Б,

доливают водой до 8 см^3, при перемешивании добавляют по 4 см^3 буферного ацетатного раствора, по 1 см^3 раствора серноватистокислого натрия, по 5 см^3 раствора дитизона с массовой долей 0,005 % и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.2. В качестве раствора сравнения используют нулевой раствор.

Из оптической плотности градуировочных растворов вычитают оптическую плотность нулевого раствора и по полученным данным строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса цинка, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески олова, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,0003	0,00015
Св. 0,0003 » 0,0005	0,0002
» 0,0005 » 0,001	0,0004
» 0,001 » 0,002	0,0005

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на избирательном поглощении света от стандартного источника атомами цинка. Раствор распыляют в ацетиленово-воздушное пламя атомно-абсорбционного спектрометра и измеряют абсорбцию при длине волны 213,8 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный.

Стаканы из фторопласта вместимостью 50 см^3.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 и разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная особой чистоты.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная.

Смесь для растворения; готовят по ГОСТ 15483.2.

Смесь хромовая; раствор с массовой долей 10 % двухромовокислого калия в концентрированной серной кислоте.

Цинк по ГОСТ 3640.

Растворы цинка стандартные.

Раствор А: 0,1000 г цинка растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят перед применением: 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 цинка.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Посуду, необходимую для проведения анализа, подвергают предварительной обработке, как указано в п. 2.3.1.

3.3.2. Навеску образца массой 1,0000 г помещают в стакан из фторопласта вместимостью 50 см^3 и приливают небольшими порциями 10 см^3 смеси для растворения. Продолжают анализ по ГОСТ 15483.2.

Фотометрирование проводят при длине волны 213,8 нм в условиях, указанных в ГОСТ 15483.2.

Концентрацию цинка устанавливают по градуировочному графику, фотометрируя одновременно с анализируемыми растворами серию растворов с известным содержанием цинка.

3.3.3. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см^3 отмеривают 0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см^3 стандартного раствора Б, приливают по 10 см^3 смеси для растворения, доводят водой до метки и перемешивают.

Фотометрируют, как указано в п. 3.3.2. По полученным средним значениям абсорбции и известным концентрациям цинка строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C — концентрация фотометрируемого раствора, г/см^3;

V — объем фотометрируемого раствора, см^3;

m — масса навески олова, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 0,0005 %.

4. ВИЗУАЛЬНЫЙ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения цинка с дитизоном (дитизонат цинка), интенсивность окраски которого определяют визуально по способу «смешанной окраски». Олово предварительно отделяют отгонкой в виде бромида.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Воронки делительные вместимостью 50, 150 и 300—400 см^3.

Колбы мерные вместимостью 100 см^3 с притертыми стеклянными пробками.

Цилиндры градуированные для колориметрирования с притертыми стеклянными пробками.

Кварцевый перегонный аппарат.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, очищенная от следов тяжелых металлов перегонкой в кварцевом аппарате, и раствор 6 моль/дм^3.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062, очищенная от следов тяжелых металлов перегонкой в кварцевом аппарате.

Бром по ГОСТ 4109, очищенный перегонкой в кварцевом перегонном аппарате.

Смесь кислот для растворения: 25 см^3 соляной кислоты, 25 см^3 бромистоводородной кислоты и 15 см^3 брома.

Кислота уксусная особой чистоты по ГОСТ 18270, раствор 2 моль/дм^3. Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288, очищенный перегонкой в кварцевом перегонном аппарате.

Дитизон по НТД, приблизительно раствор с массовой долей 0,02 %: 20 мг дитизона растворяют в 50 см^3 четыреххлористого углерода, переносят раствор в делительную воронку вместимостью 300—400 см^3, приливают 50 см^3 аммиака, разбавленного 1 : 200, и энергично встряхивают. Извлечение дитизона повторяют еще с 50 и 25 см^3 аммиака. Все аммиачные экстракты сливают вместе, приливают 100 см^3 четыреххлористого углерода и, встряхивая воронку, добавляют по каплям 6 моль/дм^3 соляную кислоту до обесцвечивания водного слоя. Раствор дитизона в четыреххлористом углероде переносят в чистую воронку, промывают, дважды встряхивая с водой, и фильтруют через сухой фильтр в сухую склянку из темного стекла. Раствор хранят в темном прохладном месте.

Дитизон, приблизительно раствор с массовой долей 0,002 им 0,001 %; готовят из крепкого раствора дитизона, разбавляя его четыреххлористым углеродом в соотношении 1 : 10, 1 : 20 в день применения.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 2 моль/дм^3, готовят и очищают при помощи дитизона: навеску соли массой 27,2 г растворяют в стакане в небольшом количестве воды, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают. Весь раствор

переводят в делительную воронку и экстрагируют несколько раз с 5,0 $см^3$ раствора дитизона с массовой долей 0,002 %. Очистку заканчивают, когда порция дитизона после встряхивания остается зеленой. Оставшиеся капли дитизона извлекают встряхиванием несколько раз с 5 $см^3$ четыреххлористого углерода. Промывку заканчивают, когда порция четыреххлористого углерода после встряхивания остается бесцветной.

Раствор фильтруют через небольшой беззольный фильтр для удаления капелек четыреххлористого углерода.

Буферный ацетатный раствор с pH 4,7: смешивают равные объемы 2 моль/$дм^3$ раствора уксуснокислого натрия и 2 моль/$дм^3$ раствора уксусной кислоты. Буферный раствор очищают дитизоном так же, как очищали уксуснокислый натрий.

Перекись водорода ос.ч. 15—3.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), раствор с массовой долей 50 % очищают дитизоном так же, как очищали уксуснокислый натрий.

Цинк металлический по ГОСТ 3640.

Растворы цинка стандартные.

Раствор А (запасной): 0,1 г металлического цинка растворяют в 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г цинка.

Раствор Б: 10,0 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-5}$ цинка.

Раствор В: 10,0 $см^3$ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора В содержит $1 \cdot 10^{-6}$ г цинка.

Растворы Б и В готовят в день применения.

Вода деминерализованная или бидистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная в кварцевом аппарате.

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147, разбавленный 1 : 200.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску олова массой 1,0000 г помещают в низкий кварцевый стакан вместимостью 50 $см^3$, прикрытый часовым стеклом, и растворяют в 7—10 $см^3$ смеси кислот для растворения.

Содержимое стакана оставляют без нагревания до растворения навески. После растворения олова стекло обмывают 3 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают раствор на умеренно нагретой плитке до получения влажного остатка (2—3 капли). Обработку 5 $см^3$ смеси кислот для растворения повторяют до полного удаления олова, выпаривая раствор досуха. Сухой остаток растворяют в 5 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха.

Если после обработки сухого остатка соляной кислотой раствор имеет бурый цвет, то к полученному раствору добавляют 3 $см^3$ соляной кислоты, несколько капель перекиси водорода и выпаривают досуха. При необходимости эту обработку повторяют еще раз.

Охлажденный стакан с сухим остатком обмывают 5 $см^3$ воды. Раствор осторожно выпаривают до получения сухого остатка. Стакан охлаждают до 50—60 °С и приливают 2 $см^3$ воды, после чего накрывают часовым стеклом, подогревают содержимое в течение 2—3 мин при 50—60 °С и затем переводят раствор в цилиндр для колориметрирования.

Затем стакан обмывают 2 $см^3$ воды в два приема и присоединяют к испытуемому раствору. В цилиндр приливают 2 $см^3$ буферного раствора, 0,5 $см^3$ серноватистокислого натрия и перемешивают. После этого прибавляют 2 $см^3$ раствора дитизона с массовой долей 0,001 %, энергично встряхивают цилиндр в течение 1 мин и сравнивают окраску экстрактов испытуемых и градуировочных растворов в отраженном свете на белом фоне, наблюдая сбоку.

Через все стадии анализа параллельно с пробой проводят контрольные опыты и вносят поправку на загрязнение реактивов при обработке результатов анализа.

4.3.2. Для приготовления шкалы градуировочных растворов в цилиндры для колориметрирования отмеривают 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 $см^3$ стандартного раствора В, приливают воду до получения объема 4 $см^3$, 2 $см^3$ буферного раствора, 0,5 $см^3$ серноватистокислого натрия и перемешивают, после чего приливают 2 $см^3$ раствора дитизона с массовой долей 0,001 % и энергично встряхивают в течение 1 мин. Растворы применяют для колориметрирования в течение 1 ч.

4.3.1, 4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)\,100}{m},$$

где m_1 — масса цинка, найденная при сравнении с градуировочными растворами, г;

m_2 — масса цинка в растворе контрольного опыта, найденная при сравнении с градуировочными растворами, г;

m — масса навески олова, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,00001 до 0,00003	0,00001

4.4.1, 4.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.С. Баев, Т.П. Алманова, Г.М. Власова, В.С. Мешкова, Л.В. Мищенко, Л.Д. Савилова, Р.Д. Тресницкая

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.12.78 № 3300

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15483.9—70

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 199—78	2.2; 4.2
ГОСТ 2062—77	2.2; 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3640—94	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4109—79	2.2; 4.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4220—75	2.2; 3.2
ГОСТ 6709—72	2.2; 3.2
ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 11125—84	3.2
ГОСТ 14261—77	2.2; 4.2
ГОСТ 15483.0—78	1.1
ГОСТ 15483.2—78	3.2; 3.3.2
ГОСТ 18270—72	2.2; 4.2
ГОСТ 20288—74	2.2; 4.2
ГОСТ 24147—80	4.2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 12—84, 10—89)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 11.05.99. Подписано в печать 25.06.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,73.
Тираж 134 экз. С 3202. Зак. 526.

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