МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.24:546.47.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ
Методы определения цинка

Nickel. Methods for the determination of zinc

ГОСТ 13047.8—81*

Взамен ГОСТ 13047.8—67

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1981 г. № 5514 срок введения установлен

с 01.01.82

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения цинка при массовой доле его в никеле от 0,0002 до 0,01%.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2279—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13047.1—81. Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГСО или методом добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. МЕТОД ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в смеси соляной и азотной кислот, отделении цинка от никеля и других элементов из 2 М раствора соляной кислоты на сильноосновном аниоците и полярографическом определении цинка в элюате на хлоридно-аммиачном фоне в интервале потенциалов от минус 1 до минус 1,5 В относительно насыщенного каломельного электрода.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф со всеми принадлежностями.

Колонки ионообменные диаметром 10 и длиной 250 мм, колонку приготовляют следующим образом: анионит измельчают в фарфоровой ступке и просеиванием отбирают фракцию зернами размером от 0,2 до 0,3 мм. В нижнюю часть колонки помещают слой стеклянной или лавсановой ваты и колонку наполняют до высоты 150 мм анионитом, выдержанным в воде в течение суток. (Зерна слабоосновного анионита предварительно намачивают в насыщенном растворе хлорида натрия до полного набухания). Колонку промывают 200 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:1 со скоростью 2 $см^3$/мин, а затем водой до нейтральной реакции. Анионит переносят в стакан, заливают раствором

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

** Переиздание (июль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86)*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999

гидроокиси натрия, перемешивают, снова заполняют колонку анионитом и промывают 100 см³ раствора гидроокиси натрия, а затем водой до нейтральной реакции. Для перевода анионита в хлоридную форму через колонку пропускают 150 см³ 2 М раствора соляной кислоты со скоростью пропускания 2 см³/мин. После каждой элюации цинка колонку промывают 200 см³ воды и затем 150—200 см³ 2 М раствора соляной кислоты.

Подготовленную колонку допускается использовать 20—25 раз, после чего необходимо регенерировать анионит раствором соляной кислоты 1:1 и раствором гидроокиси натрия, как и при подготовке новой порции анионита.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 и растворы 1:1, 2 М, 0,01 М и 0,001М.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84.

Смесь кислот соляной и азотной 3:1, свежеприготовленная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 20 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 200 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77, насыщенный раствор, свежеприготовленный.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный раствор.

Желатин по ГОСТ 11293—89, раствор 5 г/дм³, свежеприготовленный.

Хлоридно-аммиачный фон свежеприготовленный: в мерную колбу вместимостью 100 см³ приливают 20 см³ раствора хлористого аммония, 10 см³ аммиака, 2 см³ раствора сернистокислого натрия, 1 см³ раствора желатина и доливают до метки водой.

Анионит слабоосновной ЭДЭ-10П.

Анионит, сильноосновной, АВ-17, Dowex 1×8, AMBERLITE IRA—400.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—94.

Стандартные растворы цинка.

Раствор А: 0,2000 г цинка растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг цинка.

Раствор Б: 25 см³ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг цинка.

2.3. Проведение анализа

Навеску никеля массой, установленной в зависимости от массовой доли цинка, растворяют в стакане вместимостью 400 см³ в смеси кислот в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Масса навески никеля, г	Объем смеси кислот, см³
От 0,0002 до 0,001	10	100
Св. 0,001 » 0,005	5	50
» 0,005 » 0,01	2	20

Одновременно проводят анализ с той же массой навески никеля с добавкой стандартного раствора цинка в количестве в соответствии с ожидаемой массовой долей его в анализируемой пробе.

Раствор выпаривают досуха. Обмывая стенки стакана, приливают 20 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают почти досуха. Остаток растворяют в 50 см³ 2 М раствора соляной кислоты при температуре около 50 °С. При необходимости раствор фильтруют через двойной фильтр средней плотности и промывают его горячим 0,01 М раствором соляной кислоты. Фильтрат выпаривают почти досуха и остаток растворяют в 50 см³ 2 М раствора соляной кислоты при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, вводят в ионообменную колонку и пропускают со скоростью 2 см³/мин. Стакан ополаскивают четыре раза порциями по 5 см³ 2 М раствора соляной кислоты. Очередную порцию

раствора соляной кислоты приливают только после того, как первая порция стечет до уровня анионита. Необходимо, чтобы верхний слой анионита всегда был под слоем жидкости.

Затем колонку промывают 150 см³ 2 М раствора соляной кислоты и после этого вымывают цинк 250 см³ 0,001 М раствора соляной кислоты. Элюат собирают в стакан вместимостью 400 см³ и выпаривают до 5—10 см³ и затем на водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в 10,0 см³ хлоридно-аммиачного фона и полярографируют в интервале потенциалов от минус 1 до минус 1,5 В, относительно насыщенного каломельного электрода.

2.2, 2.3 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot h \cdot 100}{(H-h) \cdot m},$$

где m_1 — масса цинка в добавленном стандартном растворе, г;

h — высота волны цинка, соответствующая раствору пробы, мм;

H — высота волны цинка, соответствующая анализируемому раствору с добавленным стандартным раствором, мм;

m — масса навески никеля, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0002 до 0,0004	0,00012
Св. 0,0004 » 0,0006	0,0002
» 0,0006 » 0,0012	0,0003
» 0,0012 » 0,0025	0,0004
» 0,0025 » 0,005	0,0007
» 0,005 » 0,01	0,0015

3. МЕТОД АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте и измерении атомной абсорбции цинка или на растворении никеля в смеси соляной и азотной кислот, отделении цинка от никеля на анионите из 2 М раствора соляной кислоты с последующим измерением атомной абсорбции цинка в пламени ацетилен—воздух при длине волны 213,8 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Источник излучения для цинка.

Колонка ионообменная диаметром 10 мм, длиной 250 мм, подготовленная в соответствии с п. 2.2.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 и растворы 1:1, 2 М, 0,01 М и 0,001 М.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84 и раствор 1:1.

Смесь соляной и азотной кислот 3:1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 20 г/дм³.

Анионит слабоосновной ЭДЭ-10П.

Анионит сильноосновной, АВ-17, DOWEX 1×8, AMBERLITE IRA — 400.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722—97 с массовой долей цинка менее 0,0003 %.

Раствор никеля: 25,0 г никелевого порошка растворяют в 250 см³ раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—94.

Стандартные растворы цинка

Раствор А: 0,2000 г цинка растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1см³ раствора А содержит 0,2 мг цинка.

Раствор Б: 25 см³ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг цинка.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

3.3.1. При массовой доле цинка в никеле до 0,001 % навеску никеля массой 5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 50 см³ смеси кислот. Раствор выпаривают досуха. Обмывая стенки стакана, приливают 20 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают почти досуха. Остаток растворяют в 50 см³ 2 М раствора соляной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.3.

После элюации цинка раствор выпаривают до 20—30 см³, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию цинка в анализируемом растворе параллельно с растворами для построения градуировочного графика и растворами контрольного опыта в пламени ацетилен—воздух при длине волны 213,8 нм.

Концентрацию цинка находят по градуировочному графику.

Для определения концентрации цинка допускается использовать метод добавок.

3.3.2. При массовой доле цинка в никеле свыше 0,001 % навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, при необходимости фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию цинка в растворе, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. *Построение градуировочного графика при массовой доле цинка до 0,001 %*

В пять из шести стаканов вместимостью по 100 см³ отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг цинка. Раствор выпаривают почти досуха. Во все стаканы добавляют по 50 см³ 2 М раствора соляной кислоты, остатки растворяют и растворы вводят в ионообменные колонки и далее поступают, как указано в п. 2.3. После элюации раствор выпаривают и поступают, как указано в п. 3.3.1.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в пламени ацетилен—воздух при длине волны 213,8 нм непосредственно до и после измерения атомной абсорбции цинка в анализируемом растворе. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим массовым концентрациям цинка строят градуировочный график с введением поправки на абсорбцию раствора, не содержащего цинк.

3.3.4. *Построение градуировочного графика при массовой доле цинка свыше 0,001 %*

В семь мерных колб вместимостью по 100 см³ отбирают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг цинка. Во все колбы наливают по 20 см³ раствора никеля, доливают до метки водой и перемешивают. Атомную абсорбцию цинка в растворах градуировочного графика измеряют в пламени ацетилен—воздух при длине волны 213,8 нм непосредственно до и после измерения абсорбции цинка в анализируемых растворах.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям цинка строят градуировочный график с введением поправки на абсорбцию раствора никеля, в который не вводили стандартный раствор цинка.

3.3.3, 3.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C_1 — концентрация цинка в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация цинка в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем фотометрируемого раствора, см^3;

m — масса навески никеля, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *Л. А. Кузнецова*
Корректор *С. И. Фирсова*
Компьютерная верстка *Е. С. Моисеева*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.07.99. Подп. в печать 16.08.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60.
Тираж 132 экз. С 3503. Зак. 1844.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru