

ГОСТ 23957.1—2003

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Цинк

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



Издание официальное

Б3 10—2002/215а

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
М и н с к**

ГОСТ 23957.1—2003

Предисловие

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

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

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 для 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 $\sqrt{\Delta_{\text{ат}}^2 + 0,5D^2}$, где $\Delta_{\text{ат}}$ — 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 $C_{n+\Delta}$ и без добавки C_n .

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 реагенты 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 реагенты

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 см³.

Колбы мерные с одной меткой не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770, вместимостью 50, 100, 200, 250 500 и 1000 см³.

Пипетки с одной меткой по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.