

ГОСТ 23957.2—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 ОЛОВА**



Издание официальное

БЗ 10—2002/2156

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

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 23957.2—2003 введен в действие непосредственно в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2005 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 23957.2—80

Цинк**АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА**

Zinc.

Atomic-absorption method for determination of tin

Дата введения 2005—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения олова при массовой доле от 0,0005 % до 0,06 %.

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии олова 224,6 нм при введении анализируемых растворов и растворов сравнения в пламя ацетилен-воздух.

Цинк предварительно переводят в раствор путем кислотного разложения. Олово осаждают на гидроксиде железа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 860—75 Олово. Общие технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. 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 23957.1—2003 Цинк. Атомно-абсорбционный метод определения свинца, кадмия, сурьмы, железа и меди

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

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23957.1.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

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.

Закаись азота в баллонах по нормативному документу.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» по [1].

Колбы конические или стаканы по ГОСТ 25336 вместимостью 250, 400, 500 см³.

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

Пипетки с одной меткой по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 2 моль/дм³.

Олово по ГОСТ 860 марки не ниже О1.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849, солянокислые растворы 2 и 10 г/дм³; готовят растворением 1 и 5 г железа в 10 и 50 см³ соляной кислоты с добавлением нескольких капель азотной кислоты и переводят в мерные колбы вместимостью 500 см³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 2:3 (две части водного аммиака смешивают с тремя частями воды).

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:1.

Кислота винная по ГОСТ 5817.

Смесь кислот, содержащая 20 г/дм³ соляной, 180 г/дм³ азотной и 45 г/дм³ винной кислот.

Растворы известной концентрации.

Раствор А: 1,000 г металлического олова помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ соляной кислоты, закрывают колбу крышкой и оставляют на сутки без нагревания для растворения олова.

Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг олова.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 100 мкг олова.

Растворы сравнения, содержащие 5, 10, 20, 40 и 60 мкг/см³ олова, готовят из растворов А и Б. Для этого в 5 мерных колб вместимостью 100 см³ переносят 5, 10, 20 см³ раствора Б и 4 и 6 см³ раствора А. В каждую колбу добавляют по 10 см³ раствора, содержащего 10 г/дм³ железа, и по 17 см³ соляной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

Примечание — Допускается применение других реактивов и материалов, при условии достижения метрологических характеристик, не уступающих установленным настоящим стандартом.

5 Проведение анализа

Цинк поступает на анализ в виде стружки.

Навеску, отобранную в зависимости от массовой доли олова, помещают в стакан вместимостью 400—500 см³ и растворяют в растворе азотной кислоты (таблица 1).

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Масса навески пробы, г	Объем азотной кислоты 1:1 для растворения цинка, см ³	Объем раствора аммиака, необходимый для осаждения олова на гидроксиде железа, см ³	
			Водный аммиак	Раствор аммиака
От 0,0005 до 0,001 включ.	10,000	110	80	20
Св. 0,001 » 0,01 »	5,000	50	40	10
» 0,01 » 0,03 »	2,000	25	—	50
» 0,03 » 0,06 »	1,000	15	—	25