

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

Методы определения цинка

Copper. Methods for determination of zinc

ГОСТ
13938.5—78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения цинка в меди марок в соответствии с ГОСТ 859, за исключением М00к и М00б (при массовой доле цинка от 0,0005 до 0,006 %).

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 13938.1.

Разд. 1. (Измененная редакция, Изм. № 4).

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

2.1. Сущность метода

Метод основан на полярографическом определении цинка на фоне 1 М раствора йодида калия после предварительного отделения меди электролизом.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф с наложением переменного напряжения.

Азот в баллоне по ГОСТ 9293.

Вода бидистиллированная.

Аммоний роданистый.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, 5 М раствор, свежеприготовленный: 830 г растворяют в 1 дм³ воды.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор 200 г/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, и растворы 0,5 и 2 М.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Посуда для растворения навески меди и выпаривания растворов должна быть из кварца или жаростойкого стекла, не содержащего цинка.

Цинк по ГОСТ 3640.

Растворы цинка стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 1,000 г цинка растворяют при слабом нагревании в 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг цинка.

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 2000
Переиздание с Изменениями

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг цинка.

Раствор В; готовят следующим образом: 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,01 мг цинка.

Растворы Б и В готовят перед применением.

Растворы цинка стандартные: в мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеривают 1,0; 2,0; 3,0 см³ раствора В. В четвертую колбу стандартный раствор не вводят (фон). Во все колбы приливают раствор гидрата окиси калия (200 г/дм³). Объем вводимого раствора гидрата окиси калия должен быть равен объему раствора, израсходованному при нейтрализации солянокислых элюатов при выполнении анализа меди.

Растворы нейтрализуют 2 н. раствором соляной кислоты до получения pH 1,5—2,0, используя в качестве индикатора полоску универсальной индикаторной бумаги. После нейтрализации приливают по 10 см³ раствора йодистого калия, раствор доливают до метки водой и перемешивают. Растворы содержат 0,2; 0,4; 0,6 мг/дм³ цинка (готовят непосредственно перед полярографированием).

Бумага индикаторная универсальная.

Метиловый оранжевый индикатор, раствор 1 г/дм³.

Фенолфталеин (индикатор) по НТД, спиртовой раствор 1 г/дм³.

Медь по ГОСТ 859.

Установка для электролиза с платиновыми сетчатыми электродами по ГОСТ 6563.

Смесь кислот для растворения: смешивают 100 см³ серной кислоты и 250 см³ воды, после охлаждения добавляют 70 см³ азотной кислоты.

Допускается применение других реактивов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в стандарте.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску меди массой 2,0 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, приливают 20—25 см³ смеси кислот для растворения, накрывают стакан покровным стеклом и нагревают до растворения навески, удаления основной массы оксидов азота. Стекло снимают, обмывают его водой над стаканом, в стакан приливают 100—150 см³ воды и нагревают раствор до температуры 40—50 °С. Погружают в раствор платиновые сетчатые электроды и проводят электролиз при плотности тока 2—3 А/дм² и напряжении 2—2,5 В, перемешивая раствор мешалкой. Когда в растворе останется 200—300 мг меди, что устанавливают сравнением с заранее приготовленным раствором меди, электролиз прекращают.

Вынимают катоды, промывают 2—3 раза водой, электролит нагревают и затем выпаривают до влажных солей. Приливают 20—30 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³. Добавляют 10 см³ раствора йодистого калия, разбавляют водой до метки и перемешивают. В сосуд для пропускания газа помещают часть раствора и пропускают азот в течение 10—15 мин.

Раствор переливают в электролизер и полярографируют в интервале потенциалов от минус 0,45 до минус 0,85 В. Одновременно полярографируют растворы контрольного опыта и стандартные растворы цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

3.1. Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и измерении атомной абсорбции цинка в пламени ацетилен-воздух.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, включающий лампу с цинковым полым катодом, горелку для пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух и распылительную систему.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Компрессор воздушный.

Вода бидистиллированная.

Кислота азотная, ос. ч., по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, или кислота азотная по ГОСТ 4461 (прокипяченная до удаления окислов азота).

Медь по ГОСТ 859.

Цинк по ГОСТ 3640.

Растворы цинка стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г цинка растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг цинка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,01 мг цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску меди массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты до удаления оксидов азота. Охлаждают раствор и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки. Полученный раствор меди распыляют в пламя атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию в пламени при длине волны 213,8 нм.

В растворе анализируемой пробы допускается определение содержания никеля (от 0,1 до 0,5 %), свинца (от 0,005 до 0,06 %), железа (от 0,01 до 0,08 %) и кобальта (от 0,005 до 0,2 %).

Одновременно проводят контрольный опыт со всеми применяемыми реактивами. Величину оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора.

Массу цинка в растворе определяют по градуировочному графику.

Допускается для определения массовой доли цинка использовать метод добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.3.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см³ стандартного раствора Б. Во все колбы прибавляют по 2 см³ раствора азотной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Измеряют абсорбцию приготовленных растворов, как указано в п. 3.3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям цинка строят градуировочный график. При построении графика значения сигнала фонового раствора вычитают из значения сигнала каждого стандартного раствора и проводят график из начала координат.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3.3. Допускается определение цинка из солянокислых растворов.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю цинка (X) в процентах при полярографическом определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V}{K \cdot m \cdot 10000},$$

где H — высота волны цинка, полученная при полярографировании анализируемого раствора, за вычетом высоты волны контрольного опыта, мм;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса меди, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для полярографирования, г;

K — величина отношения высоты волны цинка стандартного раствора к его концентрации, мм/мг/дм³.

Величину K для выбранной чувствительности прибора находят, полярографируя два стандартных раствора (близких по концентрации цинка и концентрации его в анализируемом растворе) в том же интервале потенциалов, и вычисляют по формуле

$$K = \frac{K_1 + K_2}{2},$$

где $K_1 = \frac{H_1}{C_1}$; $K_2 = \frac{H_2}{C_2}$,

где C_1 , C_2 — концентрации стандартных растворов, мг/дм³;

С. 4 ГОСТ 13938.5—78

H_1, H_2 — высоты волн, полученные при полярографировании стандартных растворов, за вычетом высоты волны раствора фона, мм.

4.2. Массовую долю цинка (X) при атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса цинка в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески меди, г.

4.3. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля цинка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0005
» 0,0030 » 0,0060	0,0006	0,0007

4.2, 4.3. (Измененная редакция, Изм. № 4).

4.4. При разногласиях в оценке массовой доли цинка применяют атомно-абсорбционный метод.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

ПРИЛОЖЕНИЕ. (Исключено, Изм. № 4).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР
РАЗРАБОТЧИКИ

Г.П. Гиганов, Е.М. Феднева, А.А. Бляхман, Е.Д. Шувалова, А.Н. Савельева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24.01.78 № 155
3. ВЗАМЕН ГОСТ 13938.5—68
4. Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 4740—85
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 859—78	Вводная часть, 2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3640—94	2.2; 3.2
ГОСТ 4232—74	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4658—73	2.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 6563—75	2.2
ГОСТ 9293—74	2.2
ГОСТ 11125—84	3.2
ГОСТ 13938.1—78	1
ГОСТ 20448—90	3.2
ГОСТ 24363—80	2.2

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)
7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в марте 1979 г., апреле 1983 г., июне 1985 г., апреле 1988 г. (ИУС 5—79, 7—83, 8—85, 7—88)

Редактор Л.И.Нахимова
Технический редактор О.Н.Власова
Корректор М.И.Першина
Компьютерная верстка А.Н.Залотаревой

Изд. лис. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.11.99. Подписано в печать 28.12.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,53.
Тираж 146 экз. С. 4139. Зак. 1070.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102