

Изменение № 2 ГОСТ 23957.1—80 Цинк. Методы атомно-абсорбционного определения свинца, кадмия и сурьмы

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26.04.95)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 1518

Дата введения 1997—01—01

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикский государственный центр по стандартизации, метрологии и сертификации

Наименование стандарта. Заменить слова: «и сурьмы» на «сурьмы, железа и меди», «and antimony» на «antimony, iron and copper».

По всему тексту стандарта заменить слова: «стандартные растворы для построения градуировочного графика» на «растворы сравнения».

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения свинца, кадмия, сурьмы, железа и меди в цинке в интервале массовых долей:

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 %;

второй абзац исключить.

Раздел 2 дополнить абзацами (после абзаца «Кислота винная...»):

«Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:10.

Медь по ГОСТ 859—78 не ниже марки МО или электролитная.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849—86»;

Стандартные растворы Г, Д, Е, Ж и табл. 1 изложить в новой редакции:

«Стандартный раствор Г. 1 г железа растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты при слабом нагревании, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Г содержит 1 мг железа.

(Продолжение см. с. 58)

Стандартный раствор Д. 0,4 г меди (предварительно промывают в растворе соляной кислоты 1:10 для снятия окисной пленки) растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Д содержит 400 мкг меди.

Стандартный раствор Е. По 10 см<sup>3</sup> стандартных растворов А, Б, В, Г и Д переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Е содержит по 200 мкг свинца и сурьмы, по 100 мкг кадмия и железа, 40 мкг меди.

Стандартный раствор Ж. 10 см<sup>3</sup> раствора Е переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Ж содержит по 20 мкг свинца и сурьмы, по 10 мкг кадмия и железа, 4 мкг меди.

Растворы сравнения, содержащие от 0,2 до 200 мкг/см<sup>3</sup> определяемых элементов, готовят из стандартных растворов А, Б, В, Г, Д, Е и Ж в соответствии с табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Массовая концентрация определяемых элементов в растворах сравнения, мкг/см <sup>3</sup>			Объем исходного стандартного раствора, потребный для приготовления растворов сравнения, см <sup>3</sup>			Объем раствора сравнения, см <sup>3</sup>
свинец, сурьма	кадмий, железо	медь	А, Б, В, Г, Д	Е	Ж	
1	0,5	0,2	—	—	5	100
2	1	0,4	—	—	10	100
5	2,5	1	—	—	25	100
10	5	2	—	10	—	200
20	10	4	—	20	—	200
40	20	8	5	—	—	250
80	40	16	10	—	—	250
100	50	—	10	—	—	200
150	75	—	15	—	—	200
200	100	—	20	—	—	200

Раздел 2 дополнить примечанием:

«П р и м е ч а н и е. Допускается применение других реактивов и материалов, обеспечивающих получение показателей точности, установленных настоящим стандартом»;

заменить ссылку: ГОСТ 20292—74 на ГОСТ 29169—91 и ГОСТ 29227—91.

Раздел 3. Второй абзац. Заменить слова: «и кадмия» на «кадмия и железа меньше 0,005 %, меди меньше 0,001 %»;

таблицу 2 дополнить элементами:

(Продолжение см. с. 59)

Т а б л и ц а 2

Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм
Железо	248,3
Медь	324,7

Пункт 4.2 после слов «двумя параллельными определениями» дополнить словами: «и двумя результатами анализа одной пробы»;

таблицу 3 изложить в новой редакции:

Т а б л и ц а 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %		Попрешность результатов анализа, %	Относительное среднее квадратическое отклонение	
		между параллельными определениями	между двумя результатами анализа		сходимости	воспроизводимости
Свинец	0,002	0,0003	0,0004	0,0003	0,06	0,08
	0,004	0,0006	0,0007	0,0005	0,05	0,06
	0,008	0,001	0,001	0,0007		
	0,020	0,003	0,004	0,003		
	0,040	0,004	0,005	0,004	0,035	0,04
	0,050	0,005	0,006	0,005		
	0,060	0,006	0,007	0,005		
	0,070	0,007	0,008	0,006		
	0,080	0,008	0,009	0,007		
	0,090	0,009	0,010	0,007		
	0,10	0,01	0,01	0,007		
	0,20	0,01	0,02	0,01	0,02	0,03
	0,30	0,02	0,03	0,02		
	0,50	0,03	0,04	0,04		
	0,70	0,04	0,06	0,05		
	0,90	0,05	0,07	0,06		
	1,00	0,06	0,08	0,06		
	2,0	0,1	0,2	0,1		
	3,0	0,2	0,3	0,2		
Кадмий	0,0010	0,0002	0,0002	0,0002	0,06	0,08
	0,0020	0,0003	0,0004	0,0003		

(Продолжение см. с. 60)

Продолжение табл. 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %		Погрешность результатов анализа, %	Относительное среднее квадратическое отклонение	
		между параллельными определениями	между двумя результатами анализа		сходимости	воспроизводимости
Кадмий	0,0040	0,0006	0,0007	0,0005	0,05	0,06
	0,008	0,001	0,001	0,0007		
	0,020	0,003	0,004	0,003		
	0,040	0,004	0,005	0,004	0,035	0,04
	0,050	0,005	0,006	0,005		
	0,060	0,006	0,007	0,005		
	0,070	0,007	0,008	0,006		
	0,080	0,008	0,009	0,007		
	0,090	0,009	0,010	0,007		
	0,10	0,01	0,01	0,007		
	0,20	0,01	0,02	0,01	0,02	0,03
	0,30	0,02	0,03	0,02		
Сурьма	0,010	0,001	0,002	0,0007	0,05	0,06
	0,020	0,003	0,004	0,003		
	0,040	0,004	0,005	0,004	0,035	0,04
	0,050	0,005	0,006	0,005		
Железо	0,0010	0,0002	0,0002	0,0002	0,06	0,08
	0,0020	0,0003	0,0004	0,0003		
	0,0040	0,0006	0,007	0,0005	0,05	0,06
	0,008	0,001	0,001	0,0007		
	0,020	0,003	0,004	0,003		
	0,040	0,004	0,005	0,004	0,035	0,04
	0,050	0,005	0,006	0,005		
	0,060	0,006	0,007	0,005		
	0,070	0,007	0,008	0,006		
	0,080	0,008	0,009	0,007		
	0,090	0,009	0,010	0,007		
	0,10	0,01	0,01	0,007		
	0,20	0,01	0,02	0,01	0,02	0,03

(Продолжение см. с. 61)

Продолжение табл. 3

Опреде- ляемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %		Погреш- ность ре- зультатов анализа, %	Относительное среднее квадратическое отклонение	
		между парал- лельными определе- ниями	между двумя результатами анализа		сходимо- сти	воспроизво- димости
Медь	0,00050	0,00010	0,00010	0,00006	0,07	0,03
	0,0010 0,0020	0,0002 0,0003	0,0002 0,0004	0,0002 0,0003	0,06	0,08
	0,0040 0,008 0,020	0,0006 0,001 0,003	0,0007 0,001 0,004	0,0005 0,0007 0,003	0,05	0,06
	0,040 0,050 0,060 0,070	0,004 0,005 0,006 0,007	0,005 0,006 0,007 0,008	0,004 0,005 0,005 0,006	0,035	0,04

(Продолжение см. с. 62)

дополнить абзацем: «Допускаемые расхождения между параллельными определениями ( $d$ ) и двумя результатами анализа одной и той же пробы ( $D$ ) вычисляются по формулам:

$$d = S_{\text{сх}} \cdot \bar{x} \cdot Q(P', n);$$

$$D = S_b \cdot \bar{y} \cdot Q(P', n),$$

где  $S_{\text{сх}}$  — относительное среднее квадратическое отклонение сходимости (результатов параллельных определений);

$S_b$  — относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости (двух результатов анализа одной и той же пробы);

$\bar{x}$  — среднее арифметическое результатов параллельных определений;

$\bar{y}$  — среднее арифметическое двух результатов анализа;

$Q(P', n)$  — критическое значение размаха выборки нормальной совокупности, равное 2,77 при  $P' = 0,95$  и  $n = 2$ ».

(ИУС № 9 1996 г.)