УДК 669.715'782 : 546.47.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СИЛУМИН В ЧУШКАХ

Методы определения цинка

ГОСТ 1762.7-71

Aluminium-silicon alloy ingots. Methods for determination of zinc

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.73
до 01.07.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле цинка от 0,004 до 0,09%), полярографический (при массовой доле 0,005 до 0,1%) и атомно-абсорбционный методы определения цинка (при массовой доле цинка от 0,01 до 0,075%).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 1762.0—71.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения цинка с дитизоном, экстрагируемого четыреххлористым углеродом. Влияние меди и ряда других элементов устраняется предварительной экстракцией дитизонатов при pH≤2, маскированием диэтилдитиокарбаматом натрия, связыванием алюминия в цитратный комплекс.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК, спектрофотометр СФ-16, СФ-26 или аналогичные.

Вода дистиллированная, не содержащая тяжелых металлов. Воду очищают пропусканием через слой катионита (КУ-1, КУ-2), приготовленного как указано в ГОСТ 1762.6—71.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Катионит КУ-1, КУ-2 по ГОСТ 20298—74.

Все растворы готовят на очищенной таким способом воде.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:40, очищенный. Очищенный аммиак готовят насыщением парами аммиака очищенной воды. Для этого в эксикатор наливают раствор аммиака, на вкладыш эксикатора помещают кварцевую или платиновую чашку, содержащую очищенную воду. Через 24 ч вода насыщается аммиаком. Хранят аммиак в кварцевой или полиэтиленовой посуде.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:2, 1:5.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ГОСТ 10165—79, растворы с массовой долей 0,01 и 0,002% в четыреххлористом углероде, раствор с массовой долей 0,01% готовят следующим образом: 0,05 г дитизона растворяют в 100 см³ четыреххлористого углерода, переводят раствор в делительную воронку вместимостью 1000 см³, приливают 200 см³ воды, 5 см³ раствора аммиака и энергично встряхивают содержимое воронки в течение 1—2 мин. Дитизон переходит в водноаммиачный слой, окрашивая его в оранжевый цвет. Затем раствор отстаивают до исчезновения эмульсии и разделения слоев. Слой четыреххлористого углерода отбрасывают.

К аммиачному раствору в делительной воронке приливают 200 см³ четыреххлористого углерода, подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1:5, и периодически встряхивают содержимое воронки до исчезновения оранжевой окраски водного слоя и перехода дитизона в органический слой. Раствор дитизона в четыреххлористом углероде, окрашенный в зеленый цвет, отделяют от водного слоя, промывают два раза водой и фильтруют через сухой бумажный складчатый фильтр в сухую склянку из темного стекла. Затем приливают 300 см³ четыреххлористого углерода и перемешивают. Хранят раствор в прохладном месте. При хранении дитизон частично окисляется, давая окрашенные продукты.

Перед анализом проверяют пригодность раствора дитизона, взбалтывая его с разбавленным аммиаком. При этом слой четыреххлористого углерода не должен быть окрашен; в противном случае проводят повторную очистку раствора дитизона, как описано выше.

Раствор с массовой долей дитизона 0,002% готовят перед применением из раствора с массовой долей 0,01%, разбавляя его четыреххлористым углеродом.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Фенолфталеин по НТД спиртовой раствор с массовой долей 1%.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный по ГОСТ 3653—78,

0,5 моль/дм³ очищенный раствор. Очищают следующим образом: к раствору добавляют несколько капель фенолфталеина и приливают аммиак до появления малиновой окраски. Раствор очищают экстрагированием порциями раствора с массовой долей дитизона 0,01%. Экстрагирование повторяют до получения неизменяющейся зеленой окраски экстракта. Последнюю порцию проверяют на содержание тяжелых элементов. Для этого избыток дитизона удаляют встряхиванием экстракта с 30—40 см³ разбавленного аммиака. Слой четыреххлористого углерода должен быть бесцветным. Для извлечения дитизона, перешедшего в раствор лимоннокислого аммония, последний встряхивают с несколькими порциями четыреххлористого углерода.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280—76 раствор с массовой долей 50%, очищают так же, как лимоннокислый аммоний.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864—71, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,2%.

Раствор А, готовят следующим образом: к 100 см³ раствора 0,5 моль/дм³ лимоннокислого аммония прибавляют аммиак до малинового окрашивания и разбавляют водой до 450 см³.

Раствор Б, готовят следующим образом: раствор с массовой долей 0,2% диэтилдитиокарбамата натрия смешивают с раствором А в соотношении 1:9.

Натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053—77 растворы с массовой долей 1 и 0,05%. Последний готовят разбавлением раствора с массовой долей 1% перед применением.

Метаниловый желтый, водный раствор с массовой долей 0,1%.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79

Стандартные растворы цинка

Раствор В, готовят следующим образом: 0,2000 г цинка растворяют в 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:2. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг цинка.

Раствор Г, готовят перед применением путем разбавления раствора в 100 раз водой.

1 см³ раствора Г содержит 0,002 мг цинка

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Для проведения анализа используют раствор, приготовленный по п. 2.3.1 ГОСТ 1762.6—71.

В зависимости от содержания цинка из мерной колбы вместимостью 250 см³ отбирают 5—25 см³ раствора в делительную воронку вместимостью 250 см³, приливают 1—2 см³ раствора с мас-

совой долей лимоннокислого натрия 50%, 2—3 капли метанилового желтого и разбавляют водой до 40 см³. Затем нейтрализуют аммиаком до окрашивания индикатора в желтый цвет и соляной кислотой, разбавленной 1:5, до окрашивания в слабо-розовый цвет.

Приливают из бюретки 5 см³ раствора с массовой долей дитизона 0,002% и энергично встряхивают в течение 3—5 мин. После непродолжительного отстаивания дитизоновый слой отбрасывают и экстрагируют с новой порцией дитизона (5 см³) в течение 3 мин. Если необходимо, экстрагирование повторяют до неизменяющейся окраски дитизона. Органический слой вновь отбрасывают. При отбрасывании дитизонового слоя не допускают попадания водной фазы в отверстие крана.

К раствору в делительной воронке добавляют 40 см³ раствора Б, несколько капель фенолфталеина и, если необходимо, добавляют аммиак до появления малиновой окраски. Затем из бюретки добавляют 10 см³ раствора с массовой долей дитизона 0,1% и энергично встряхивают в течение 2 мин. После непродолжительного отстаивания слой четыреххлористого углерода переводят в сухой цилиндр с притертой пробкой. Экстрагирование повторяют еще два раза, используя 10 и 5 см³ раствора дитизона. Общий объем раствора дитизона, используемого для определения содержания цинка, составляет 25 см³.

Затем удаляют избыток дитизона взбалтыванием дитизонового экстракта с раствором с массовой долей сернистого натрия 0,05%. Для этого в 2—3 делительные воронки вместимостью 250 см³ наливают по 10 см³ раствора с массовой долей сернистого натрия 0,05%, в одну из них переносят содержимое цилиндра и встряхивают 3—4 раза. Слой четыреххлористого углерода переносят в следующую воронку. Эту операцию повторяют до тех пор, пока водный слой не будет оставаться бесцветным. Затем промывают раствор дитизоната цинка встряхиванием с водой и переводят его в цилиндр с притертой пробкой. Раствор дитизоната в цилиндре должен быть защищен от света.

Не позднее чем через 15—20 мин после отмывания избытка дитизона измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения раствора соответствует длине волны 538 нм. Раствором сравнения служит четыреххлористый углерод.

Для удаления остатков влаги при наполнении кювет растворы пропускают через сухой беззольный фильтр или к экстрактам в цилиндрах прибавляют 1 г безводного сульфата натрия.

Содержание цинка находят по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вместимостью 250 см³ приливают по 30 см³ воды, по 2 см³ раствора с массовой долей лимоннокислого

натрия 50%, по 2—3 капли метанилового желтого и из бюретки 0; 1,0; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 см³ стандартного раствора Г, что соответствует 0; 0,002; 0,004; 0,005; 0,006; 0,007; 0,008, 0,009 мг цинка. Затем устанавливают среду по метаниловому желтому и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.1.

Раствором сравнения служит четыреххлористый углерод.

По полученным значениям оптической плотности и известным концентрациям цинка в растворах строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{v_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса цинка, найденное по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора, см³;

v_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески силумина, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,005 до 0,015 включ.	0,004	0,006
Св. 0,015 » 0,050 »	0,006	0,010
» 0,050 » 0,090 »	0,008	0,012

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в растворе гидроокиси натрия, подкислении щелочного раствора бромистоводородной кислотой до pH 1 и полярографировании цинка в интервале потенциалов от минус 0,6 до минус 1,0 В.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока типа ПУ-1 или аналогичный.

Азот газообразный и жидкий технический по ГОСТ 9293—74 или аргон газообразный и жидкий по ГОСТ 10157—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 20%.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77, разбавленная 2:1.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Аскорбиновая кислота свежеприготовленный раствор с массовой долей 25%.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

Стандартные растворы цинка: 1,0000 г цинка помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения цинка стенки стакана обмывают водой, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг цинка.

Путем соответствующего разбавления (перед применением) готовят раствор А с концентрацией цинка 0,1 мг в 1 см³ раствора и раствор Б с концентрацией цинка 0,01 мг в 1 см³ раствора.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску силумина массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 15 см³ раствора гидроокиси натрия и покрывают стеклом. По окончании бурной реакции раствор кипятят 5 мин до растворения сплава, охлаждают, разбавляют водой до объема 20 см³ и осторожно приливают 30 см³ бромистоводородной кислоты. Раствор нагревают до просветления. После небольшого охлаждения прибавляют 2—3 капли брома и вновь нагревают до удаления избытка брома, доведя объем раствора до 45 см³. Затем добавляют по каплям раствор аскорбиновой кислоты до обесцвечивания раствора. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см, доливают до метки водой и перемешивают.

3.3.2. *Построение градуировочного графика (при массовой доле цинка от 0,005 до 0,02%)*

В три стакана вместимостью по 25 см³ приливают последовательно 0,5; 1,0; 2,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02% цинка. Растворы выпаривают досуха на водной бане, к сухому остатку добавляют аликвотную часть 10 см³ одного из исследуемых растворов с меньшим содержанием цинка, перемешивают, часть раствора помещают в электролизер и полярографируют при тех же условиях, как описано в п. 3.3.1.

Из полученных высот пиков вычитают высоту пика разбавленного исследуемого раствора.

По полученным данным и известным концентрациям цинка строят градуировочный график.

При замене капилляра необходимо проверять график.

3.3.3. *Построение градуировочного графика (при массовой доле цинка от 0,01 до 0,1%)*

В три стакана вместимостью по 25 см³ приливают последовательно 0,1; 0,5; 1,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,01; 0,05, 0,1% цинка. Далее поступают, как указано в п. 3.3.2.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю цинка (X) в процентах определяют по градуировочному графику.

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

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,005 до 0,010 включ.	0,001	0,002
Св. 0,010 » 0,030 »	0,002	0,003
» 0,030 » 0,100 »	0,004	0,006

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции цинка в пламени ацетилен-воздух при длине волны 213,8 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный модели Перкин-Эльмер, «Сатурн» или аналогичные.

Лампа с полым катодом, предназначенная для определения цинка.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457—75.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру 1000°С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10920—76, раствор с массовой долей 3%.

Алюминий марки А-999 по ГОСТ 11069—74.

Раствор алюминия А, 20 г/дм³: 10,0 г алюминия помещают в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 250 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании с добавлением 1 см³ раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см², разбавляют водой до метки и перемешивают.

Никель хлористый по 4038—79, раствор с массовой долей 0,2%.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Раствор кремния Б, 1 г/дм³: 2,14 г тонко растертой в агатовой или из оргстекла ступке и предварительно прокаленной в течение одного часа при температуре 1000°С двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 15,0 г углекислого натрия при температуре 900°С в течение 15 мин до получения прозрачного плава. Плав растворяют в воде при нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Раствор оксида натрия В, 100 г/дм³: 190 г высушенного при температуре 105°С в течение 30 мин хлористого натрия растворяют в воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30%.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

Стандартные растворы цинка

Раствор Д: 0,5000 г металлического цинка растворяют в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Д содержит 1 мг цинка.

Раствор Е: отбирают пипеткой 5 см³ раствора Д в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Е содержит 0,025 мг цинка.

Метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1%.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску пробы силумина массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и приливают 20 см³ раствора гидроокиси натрия. После окончания бурной реакции раствор нагревают до полного растворения сплава, добавляют 100 см³ воды и осторожно в охлажденный раствор приливают 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до просветления, прибавляют 1 см³ пероксида водорода и кипятят 3—5 мин для разрушения ее избытка. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³ доводят до метки водой и перемешивают.

Одновременно проводят через все стадии анализа контрольный опыт, используя все реактивы, с добавлением 20 см³ раствора алюминия А.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в растворе пробы, растворе контрольного опыта и в растворах, приготовленных для пост-

роения градуировочного графика при длине волны 213,8 нм в пламени ацетилен-воздух.

Массовую долю цинка определяют по градуировочному графику, который строят при каждой съемке

4.3.2. *Построение градуировочного графика*

В семь мерных колб вместимостью 250 см³ приливают по 12,5 см³ раствора А, по 7 см³ раствора В и соответственно в каждую колбу 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0 раствора Е, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,075% массовой доли цинка в силумине. Растворы доводят водой до объема 100 см³ и медленно порциями, тщательно перемешивая, приливают по 25 см³ раствора Б, приливают 3—4 капли индикатора метилового оранжевого и по каплям соляную кислоту, разбавленную 1:1, до изменения окраски индикатора в красный цвет. Затем растворы в колбах доводят до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию цинка, как указано в п. 4.3.1.

По полученным значениям атомной абсорбции растворов и известным значениям массовой доли цинка строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю цинка в процентах находят по градуировочному графику, за вычетом контрольного опыта.

4.4.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Разд. 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ СТАНДАРТА

А. А. Костюков, Г. А. Романов, Н. М. Герцева, А. П. Нечитайлов, В. А. Лавров

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.10.77 № 141**

3. **Периодичность проверки — 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 1762—51 (в части разд. VIII)**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	4.2
ГОСТ 1762.0—71	1.1
ГОСТ 1762.6—71	2.2; 2.3.1
ГОСТ 2053—77	2.2
ГОСТ 2062—77	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 4.2
ГОСТ 3640—79	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 3653—78	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОТС 4038—79	1.2
ГОСТ 4109—79	3.2
ГОСТ 4166—76	2.2
ГОСТ 4233—77	1.2
ГОСТ 4328—77	3.2; 4.2
ГОСТ 5457—75	4.2
ГОСТ 8864—71	2.2
ГОСТ 9293—74	3.2
ГОСТ 9428—73	4.2
ГОСТ 10157—79	3.2
ГОСТ 10165—79	2.2
ГОСТ 10929—76	4.2
ГОСТ 11069—74	4.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 20288—74	2.2
ГОСТ 20298—74	2.2
ГОСТ 22280—76	2.2

6. **Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 03.03.89 № 492**

gost.e-ecolog.ru

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1989 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1984 г., в марте 1989 г. (ИУС 12—84, 6—89)**