Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения цинка

Non-tin bronze.
Methods for the determination of zinc

ГОСТ 15027.12—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения цинка (при массовой доле цинка от 0,01 % до 2 %), титриметрический метод определения цинка (при массовой доле цинка от 0,2 % до 2 %) и атомно-абсорбционный метод определения цинка (при массовой доле цинка от 0,01 % до 10 %) по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

2.1. Сущность метода

Метод основан на полярографическом определении цинка на фоне хлоридоаммиачного буферного раствора после хроматографического или электролитического отделения меди.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза с платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

Колонки хроматографические, выполненные из стекла, высотой 600 мм и диаметром 15 мм (см. чертеж).

Полярограф осциллографический типа ПО-5122, полярограф типа ППТ-1 или любой другой подходящий полярограф переменного тока.

Ячейка полярографическая, выполненная из стекла, вместимостью не менее 40 $см^3$, с выносным электродом сравнения (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

Смола ионообменная АВ-17 по ГОСТ 20301.

Вата стеклянная.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, раствор 2 моль/$дм^3$ разбавленная 1:1, и 3 %-ный раствор.

Смесь кислот для растворения; готовят смешиванием одного объема концентрированной азотной кислоты с тремя объемами концентрированной соляной кислоты.

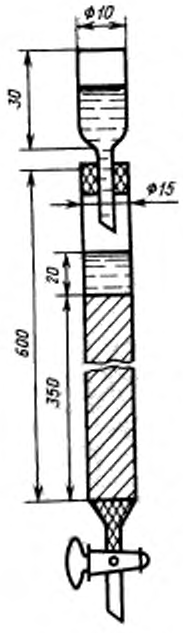
Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Гидрат окиси калия (едкое кали) раствор 50 и 100 г/$дм^3$.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/$дм^3$.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, раствор 30 г/$дм^3$.

gost.e-ecolog.ru



Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения, свежеприготовленная; готовят следующим образом: девять объемов бромистоводородной кислоты смешивают с одним объемом брома.

Натрий сернистокислый кристаллический по ТУ 6—09—4327.

Желатин по ГОСТ 11293.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор 10 г/дм^3.

Ртуть по ГОСТ 4658 марки Р0, обезвоженная.

Фоновый электролит; готовят следующим образом: 53 г хлористого аммония и 25 г сернистокислого натрия растворяют в 500 см^3 воды; 0,2 г желатина растворяют в 50 см^3 горячей воды. После охлаждения соединяют оба раствора, добавляют 75 см^3 аммиака и доливают водой до 1 дм^3.

Цинк марки Ц0 по ГОСТ 3640.

Раствор цинка стандартный; готовят следующим образом: 0,1 г цинка растворяют при нагревании в 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит 0,0001 г цинка.

Аммоний роданистый, раствор 10 г/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Подготовка хроматографических колонок к работе*

50 г ионообменной смолы фракций 0,25—0,5 мм помещают в стакан вместимостью 500 см^3 и заливают 40 см^3 раствора хлористого натрия. Смолу выдерживают в растворе 24 ч при комнатной температуре. Сливают раствор и промывают смолу декантацией 3 %-ным раствором соляной кислоты до полного удаления железа (реакция с роданидом калия или аммония). Смолу последовательно промывают раствором гидрата окиси калия 50 г/дм^3, а затем раствором 100 г/дм^3 до полного удаления хлорид-ионов (реакция с азотнокислым серебром). Смолу промывают дистиллированной водой до слабощелочной реакции промывной жидкости, затем обрабатывают тремя порциями раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты по 100 см^3 каждая.

В нижнюю часть ионообменной колонки помещают тампон из стеклянной ваты, затем заполняют колонку слоем смолы высотой 30—32 см, при этом тщательно следят за тем, чтобы пузырьки воздуха не задерживались между зернами смолы. После заполнения колонок через смолу пропускают 100 см^3 раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты.

Перед проведением анализа высота раствора соляной кислоты над смолой должна быть 1—2 см.

В процессе работы хроматографические колонки должны оставаться под слоем жидкости высотой не менее 2 см.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, взятая на полярографирование, см^3
От 0,001 до 0,05	1	20
Св. 0,05 » 0,2	0,5	10
» 0,2 » 0,5	0,2	5
» 0,5 » 1,0	0,1	5
» 1,0 » 2,0	0,1	2

По окончании хроматографического разделения смолу регенерируют промыванием водой до слабокислой реакции промывной жидкости, затем 100 см^3 раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. *С хроматографическим отделением меди*

Навеску бронзы (табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250 см³, накрытый часовым стеклом, и растворяют при нагревании в 20 см³ смеси кислот для растворения.

По окончании растворения стекло и стенки стакана обмывают водой, раствор выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 10 см³ концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Обработку сухого остатка соляной кислотой повторяют четыре раза.

Сухой остаток растворяют в 40 см³ раствора 2 моль/дм³ соляной кислоты и пропускают раствор через хроматографическую колонку с ионообменной смолой со скоростью не более 2 см³/мин. Скорость пропускания раствора регулируется краном или зажимом в нижней части колонки. После пропускания пробы колонку промывают раствором 2 моль/дм³ соляной кислоты до полной отмывки от меди (отсутствие реакции элюата с железистосинеродистым калием).

Цинк десорбируют 250 см³ воды со скоростью 1,5—2 см³/мин, собирая элюат в стакан вместимостью 300 см³.

Раствор выпаривают до влажных солей, соли растворяют при слабом нагревании в фоновом электролите и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки тем же раствором и перемешивают.

Одновременно с определением цинка в бронзе проводят контрольный опыт со всеми реактивами по описанной выше методике.

В полярографическую ячейку помещают аликвотную часть раствора (см. табл. 1), разбавляют фоновым электролитом до 20 см³, продувают током азота в течение 3—5 мин и снимают катодную поляризационную кривую в интервале напряжений от минус 1,0 до минус 1,6 В, регистрируя пик восстановления цинка при минус 1,35 В.

При работе с полярографом постоянного тока в раствор добавляют 2—3 кристаллика сернистокислого натрия.

Чувствительность регистрирующего прибора выбирается так, чтобы высота пика цинка была не менее 10 мм.

При работе с полярографом типа ПО-5122 определение проводят при скорости развертки 0,5—1 В/с, в режимах «диф. 1» или «диф. 2».

Содержание цинка в растворе находят методом стандартных добавок. Аликвотную часть стандартного раствора цинка добавляют в анализируемый раствор, перемешивают в течение 3 мин и далее анализ ведут, как при определении цинка в сплаве.

Объем стандартной добавки выбирают так, чтобы высота пика цинка увеличилась в 1,5—2 раза по сравнению с высотой пика цинка в анализируемом растворе.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2. *С электролитическим отделением меди*

Навеску бронзы (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 300 см³, накрытый часовым стеклом, и растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. По растворении ополаскивают стекло и стенки стакана водой, раствор кипятят для удаления окислов азота, охлаждают, разбавляют водой до 150 см³, прибавляют 3 см³ серной кислоты и проводят электролиз по ГОСТ 15027.1. Раствор после электролиза выпаривают до влажных солей, соли растворяют при слабом нагревании в хлоридно-аммиачном буферном растворе и далее проводят анализ, как указано в п. 2.4.1.

2.4.3. При анализе сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05 % навеску бронзы (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку и растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см³ фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до густого дыма серной кислоты. Охлаждают, стенки чашки ополаскивают водой и выпаривают досуха. Остаток растворяют в 50—70 см³ 2 моль/дм³ соляной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.4.1.

2.4.4. При анализе сплавов с массовой долей олова и свинца свыше 0,05 % навеску бронзы (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250 см³, осторожно добавляют 20 см³ смеси для растворения. После растворения пробы осторожно выпаривают раствор досуха. Выпаривание с 15 см³ смеси для растворения повторяют 3—4 раза до полной отгонки олова, к остатку добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до густого дыма серной кислоты. Охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь выпаривают до густого дыма серной кислоты.

Охлаждают, добавляют 30 см³ воды, нагревают до кипения, охлаждают и фильтруют через плотный фильтр, промывают осадок на фильтре серной кислотой, разбавленной 3:100. Фильтрат выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 50—70 см³ соляной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.4.1.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(h - h_1) \cdot C \cdot V \cdot 100}{(h_2 - h) \cdot m},$$

где h — высота пика цинка при полярографировании анализируемого раствора, мм;

h_1 — высота пика цинка при полярографировании контрольного раствора, мм;

C — концентрация стандартного раствора цинка, г/см³;

V — объем стандартной добавки, см³;

h_2 — высота пика цинка после введения стандартного раствора, мм;

m — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, взятая на полярографирование, г.

2.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	d, %	D, %	Массовая доля цинка, %	d, %	D, %
От 0,01 до 0,05	0,005	0,01	Св. 0,50 до 1,5	0,04	0,1
Св. 0,05 » 0,10	0,01	0,02	» 1,5 » 3	0,07	0,2
» 0,10 » 0,25	0,015	0,04	» 3 » 5	0,10	0,2
» 0,25 » 0,50	0,03	0,07	» 5 » 10	0,12	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5.2а. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

2.5.2б. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных полярографическим и атомно-абсорбционным методами в соответствии с ГОСТ 25086.

2.5.2а, 2.5.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

2.5.3. При разногласиях в оценке качества бронз применяют полярографический метод.

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

3.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом титровании цинка в элюате после предварительного отделения его с помощью ионообменной хроматографии на аниоците АН-31 в хлороформе.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колонки стеклянные, наполненные анионитом (в качестве колонок можно использовать бюретки вместимостью 50 см³, диаметром 12—15 мм).

Анионит АН-31 по ГОСТ 20301.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор, разбавленный 1:1, 1:20, растворы 2 и 0,03 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Смесь кислот азотной и соляной 1:3, свежеприготовленная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1 моль/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:5.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Раствор буферный (pH 5,7); готовят следующим образом: 48 см³ уксусной кислоты и 58 см³ аммиака разбавляют водой до 500 см³.

Ксиленоловый оранжевый.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 и насыщенный раствор.

Смесь ксиленолового оранжевого с хлористым натрием 1:100, хорошо растертая.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор 10 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм³.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, раствор 30 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 50 и 100 г/дм³.

Цинк по ГОСТ 3640, марки Ц0.

Раствор цинка стандартный; готовят следующим образом: 1 г цинка растворяют в 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки.

1 см³ раствора содержит 0,001 г цинка.

Соль динатриевая этилендиамин- N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,01 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 3:100.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения свежеприготовленная; готовят следующим образом: девять объемов бромистоводородной кислоты смешивают с одним объемом брома.

Натрий фтористый по ТУ 113—08—586, раствор 100 г/дм³.

Натрий серноватистокислый по ТУ 6—09—5413.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Подготовка хроматографических колонок к работе*

50 г анионита (мелкая фракция) помещают в стакан вместимостью 500 см³ и заливают 400 см³ насыщенного раствора хлористого натрия. Смолу выдерживают в растворе 24 ч при комнатной температуре. Раствор сливают и промывают смолу декантацией соляной кислотой, разбавленной 1:20, до полного удаления железа (реакция с роданидом калия). Смолу последовательно промывают раствором едкого натрия 50 г/дм³, а затем раствором 100 г/дм³ до полного удаления хлорид-иона (реакция с азотнокислым серебром). Смолу промывают водой до слабощелочной реакции промывной жидкости, затем обрабатывают тремя порциями раствора 2 моль/дм³ соляной кислоты по 100 см³ каждая.

В нижнюю часть ионообменных колонок помещают тампон из стеклянной ваты, затем заполняют колонки слоем смолы высотой 30—32 см, при этом тщательно следят за тем, чтобы пузырьки воздуха не задерживались между зернами смолы. После заполнения колонок через смолу пропускают 100 см³ раствора 2 моль/дм³ соляной кислоты.

Перед проведением анализа высота раствора соляной кислоты над смолой должна быть 1—2 см.

По окончании хроматографического разделения смолу регенерируют промыванием водой до слабокислой реакции промывной жидкости, а затем 100 см³ раствора 2 моль/дм³ соляной кислоты.

3.3.2. *Установка титра раствора трилона Б*

25 см³ стандартного раствора цинка выпаривают досуха, добавляют 50 см³ раствора 2 моль/дм³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, охлаждают и пропускают через колонку со скоростью 5 см³/мин. Затем элюируют цинк раствором 0,03 моль/дм³ соляной кислоты и титруют, как указано в п.3.3.

Титр раствора трилона Б (Т), выраженный в граммах цинка на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса цинка, взятая на титрование, г;

V — объем раствора трилона Б, затраченный на титрование, см³.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. *Для сплавов с массовой долей олова и свинца менее 0,05 %*

Навеску бронзы (см. табл. 3) помещают в стакан вместимостью 300 см³, накрывают часовым стеклом, растворяют в 20 см³ смеси кислот при нагревании и выпаривании досуха. К остатку прибавляют 10 см³ концентрированной соляной кислоты и повторяют выпаривание еще три раза до полного удаления азотной кислоты, прибавляя каждый раз по 10 см³ соляной кислоты. Охлажденный сухой остаток растворяют в 50 см³ раствора 2 моль/дм³ соляной кислоты при нагревании.

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Масса навески, г
От 0,2 до 1,0	1
Св. 1,0 » 2,0	0,5

Раствор пропускают через колонку со скоростью 5 см³/мин. Стакан и колонку промывают 200 см³ раствором 2 моль/дм³ соляной кислоты с той же скоростью до полного удаления ионов меди. Контроль на полноту промывания проводят раствором железистосинеродистого калия. Цинк элюируют 250 см³ раствора 0,03 моль/дм³ соляной кислоты, сохраняя ту же скорость протекания. Элюат собирают в коническую колбу вместимостью 500 см³, насыпают щепотку смеси ксиленового оранжевого с хлористым натрием до слабо-желтой окраски раствора и нейтрализуют раствором аммиака, разбавленным 1:5, по каплям до перехода в слабо-сиреневую окраску, добавляют 2,5 см³ раствора серноватистокислого натрия и 1 см³ раствора фтористого натрия.

Приливают 10 см³ буферного раствора и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из светло-сиреневой в светло-лимонную.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. *Для сплавов с массовой долей олова и свинца свыше 0,05 %*

Навеску бронзы (см. табл. 3) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и осторожно добавляют 20 см³ смеси для растворения. После растворения раствор выпаривают досуха. Выпаривание с 15 см³ смеси для растворения повторяют 3—4 раза. К остатку добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до густого белого дыма серной кислоты, охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь упаривают до густого белого дыма серной кислоты. Охлаждают, добавляют 50 см³ воды, кипятят до растворения солей, охлаждают и оставляют стоять на 4 ч, отфильтровывают осадок на плотный фильтр, промывая его раствором серной кислоты, разбавленной 3:100.

Фильтрат выпаривают досуха, остаток растворяют в 50—70 см³ 2 моль/дм³ соляной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.4.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю цинка (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б, затраченный на титрование, см³;

T — титр раствора трилона Б, выраженный в граммах цинка на 1 см³;

m — масса навески, г.

3.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

3.5.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим и атомно-абсорбционным методами в соответствии с ГОСТ 25086.

3.5.3, 3.5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами цинка, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен—воздух.

7.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для цинка.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и растворы 2 и 1 моль/дм^3.

Смесь кислот; готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Цинк по ГОСТ 3640 с массовой долей цинка не менее 99,9 %.

Стандартные растворы цинка.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г цинка растворяют при нагревании в 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,0005 г цинка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г цинка.

Раствор В; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора В содержит 0,00001 г цинка.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для бронз с массовой долей олова и кремния до 0,05 %*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 5, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1.

Раствор охлаждают, переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 5) и доливают до метки водой. Аликвотную часть раствора переносят в соответствующую мерную колбу, добавляют раствор 2 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в пламени ацетилен—воздух при длине волны 213,8 нм параллельно с градуировочными растворами.

4.3.2. *Для бронз с массовой долей олова свыше 0,05 %*

Таблица 5

Массовая доля цинка, %	Масса навески, г	Объем раствора пробы, см^3	Объем аликвотной части раствора, см^3	Объем 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, см^3	Объем раствора пробы после разбавления, см^3
От 0,01 до 0,1	1	100	Весь раствор	—	—
Св. 0,1 » 0,5	1	100	10	10	100
» 0,5 » 4,0	0,5	250	5	10	100
» 4,0 » 10	0,5	250	5	25	250

Навеску сплава массой, указанной в табл. 5, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 5), ополаскивают стенки стакана раствором 1 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки той же кислотой. Аликвотную часть раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 5) и доливают до метки раствором 1 моль/дм^3 соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию цинка, как указано в п. 4.3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.3. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,05 %*

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 5, помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см^3 фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают и растворяют в воде при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 5) и доливают до метки водой. Аликвотную часть раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 5), добавляют раствор 2 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию цинка, как указано в п. 4.3.1.

4.3.4. *Построение градуировочного графика*

В десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 2,5; 5,0; 10 см^3 стандартного раствора В;1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 стандартного раствора Б цинка. Во все колбы добавляют по 10 см^3 раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию цинка, как указано в п. 4.3.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю цинка (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100 ,$$

где C — концентрация цинка, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем конечного раствора пробы, см^3;

m — масса навески, содержащаяся в конечном объеме раствора пробы, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, проведенных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

4.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным и титриметрическим или полярографическим методами в соответствии с ГОСТ 25086.

4.4.3, 4.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 20.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.12—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1529—79

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	3.2	ГОСТ 4461—77	3.2, 4.2
ГОСТ 493—79	Вводная часть	ГОСТ 4658—73	2.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 6563—75	2.2
ГОСТ 1277—75	2.2, 3.2	ГОСТ 9293—74	2.2, 3.2
ГОСТ 2062—77	2.2, 3.2	ГОСТ 10484—78	2.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 10652—73	3.2
ГОСТ 3640—94	3.2, 4.2	ГОСТ 11125—84	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2	ГОСТ 11293—89	2.2
ГОСТ 3773—72	2.2	ГОСТ 14261—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4103—82	2.2	ГОСТ 15027.1—77	2.4.2
ГОСТ 4109—79	2.2, 3.2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 4139—75	2.2, 3.2	ГОСТ 20301—74	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 25086—87	1.2, 2.5.2б, 3.5.4, 4.4.4
ГОСТ 4207—75	2.2, 3.2	ТУ 6—09—4327—78	2.2
ГОСТ 4233—77	2.2, 3.2	ТУ 6—09—5413—88	3.2
		ТУ 113—08—586—86	3.2

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)

gost.e-ecolog.ru