ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

ГОСТ 6689.4—92

Издание официальное

14. р. 50 к. БЗ 5—92/629

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.425:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения цинка

Nickel, nickel and copper-nickel alloys
Methods for the determination of zinc

ГОСТ
6689.4—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает титриметрические комплексоно-метрические методы определения цинка (при массовой доле цинка от 17 до 30%), полярографический (при массовой доле от 0,1 до 0,6%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,001 до 0,6%) методы определения цинка в никелевых и медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие методы к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

2.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом титровании цинка после его экстракционного выделения в виде роданидного комплекса метилизобутилкетоном из солянокислого раствора, содержащего тиомочевину и цитрат — ионы для маскирования мешающих определению элементов.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Смесь кислот: 1 часть концентрированной азотной кислоты смешивают с 3 частями концентрированной соляной кислоты.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Тиомочевина по ГОСТ 6344 и раствор 50 г/дм^3.

Аммоний лимоннокислый двухзамещенный по ГОСТ 3653 и раствор 400 г/дм^3.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522.

Раствор маскирующих реагентов: 60 г тиомочевины, 150 г роданистого аммония и 100 г двухзамещенного лимоннокислого аммония растворяют в 1 дм^3 воды.

Промывной раствор: смешивают 250 см^3 раствора маскирующих реагентов, 250 см^3 воды и 25 см^3 соляной кислоты (1 : 4).

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, раствор 5 г/дм^3.

Калий фтористый по ГОСТ 20848, раствор 500 г/дм^3.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Метилизобутилкетон.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор 250 г/дм^3.

β-Нитрозо-α-нафтол, раствор 10 г/дм^3 в уксусной кислоте.

Ксиленоловый оранжевый.

Индикаторная смесь: 0,1 г ксиленолового оранжевого смешивают с 10 г азотнокислого калия и растирают в однородную массу.

Гексаметилентетрамин (уротропин).

Этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусная кислота, динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,05 моль/дм^3 раствор; 18,612 г трилона Б растворяют в 500 см^3 воды, раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки водой.

Цинк металлический марки Ц0 по ГОСТ 3640.

Стандартный раствор цинка: 1,0 г цинка растворяют в 30 см^3 соляной кислоты (1 : 1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г цинка.

2.2 1. *Установка массовой концентрации раствора трилона Б по цинку*

50 см^3 стандартного раствора цинка помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3, прибавляют раствор аммиака до появления неисчезающего легкого помутнения.

Добавляют 5 см^3 соляной кислоты (1 : 4) и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

Массовую концентрацию раствора трилона Б, выраженную в г/см^3 цинка, рассчитывают по формуле

$$T = \frac{0{,}05}{V},$$

где 0,05 — масса цинка, взятая на титрование, г;

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

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Для сплавов, содержащих менее 0,03% кобальта*

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 25 см³ смеси кислот, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании.

Стекло (или пластинку) и стенки стакана ополаскивают водой, раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

Аликвотную часть раствора 10 см³ помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, доливают водой до 50 см³ и по каплям добавляют раствор аммиака до появления неисчезающего легкого помутнения.

Затем добавляют 5 см³ соляной кислоты (1 : 4) и при интенсивном перемешивании вводят 50 см³ раствора смеси маскирующих реагентов. Вводят 50 см³ метилизобутилкетона и энергично встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз водную фазу помещают во вторую делительную воронку вместимостью 250 см³ и повторяют экстракцию 20 см³ метилизобутилкетона Водную фазу выбрасывают, а органическую объединяют с экстрактом, находящимся в первой делительной воронке. Освободившуюся вторую делительную воронку ополаскивают 20 см³ промывного раствора и затем этим же промывным раствором промывают объединенные экстракты в первой делительной воронке.

После разделения фаз водную фазу удаляют, а органическую помещают в стакан вместимостью 400 см³, делительную воронку ополаскивают 25 см³ соляной кислоты (1 : 4), а затем 100 см³ воды и присоединяют к органической фазе. К полученной смеси добавляют 20 см³ раствора фтористого натрия, 20 см³ раствора тиомочевины и устанавливают pH 5,0—5,2 по индикаторной бумаге «Рифан» добавлением уротропина, затем добавляют на кончике шпателя 0,1 г индикаторной смеси и титруют цинк раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски в желтую. Перед концом титрования контролируют pH раствора и, в случае необходимости, добавляют уротропин или соляную кислоту (1 : 4) для установления pH 5,0—5,2 по индикаторной бумаге «Рифан». Вблизи конечной точки титрования раствор трилона Б добавляют небольшими порциями.

2.3.2. *Для сплавов, содержащих более 0,03% кобальта*

Подготовку к анализу проводят по п. 2.3.1. Аликвотную часть раствора 10 см³ помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, добавляют воды до 50 см³ и по каплям раствор аммиа-

ка до легкого помутнения. Затем добавляют 5 см³ раствора двузамещенного лимоннокислого аммония, 15 см³ раствора тиосульфата натрия, 1 см³ раствора фтористого калия, 2 см³ раствора β-нитрозо-α-нафтола и интенсивно встряхивают воронку в течение 1,5 мин. Добавляют 25 см³ хлороформа и встряхивают в течение 3 мин. После разделения фаз органическую фазу выбрасывают, а к водной фазе добавляют 20 см³ хлороформа и повторяют экстракцию. После разделения фаз органическую фазу выбрасывают, а к водной добавляют 50 см³ раствора маскирующих реагентов, и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.5. Обработка результатов

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

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

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

T — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 17 до 20 включ.	0,2	0,3
Св. 20 » 30 »	0,3	0,4

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

2.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, в соответствии с ГОСТ 25086.

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА С ОТДЕЛЕНИЕМ ЦИНКА НА АНИОНИТЕ

3.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом титровании цинка после его отделения на сильноосновном аниоците.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колонки стеклянные ионообменные диаметром 15 мм, высотой 250—300 мм (в качестве колонок можно использовать бюретки вместимостью 50 см³ диаметром 12—15 мм).

Анионит АН-31 или другой анионит данной группы по ГОСТ 20301.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1, 1 : 20 и раствор 2 моль/дм³.

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

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2567.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Бром по ГОСТ 454.

Смесь для растворения свежеприготовленная: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с одной частью брома.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1 : 5.

Натрий фтористый по ГОСТ 2871, раствор 100 г/дм³.

Натрий серноватистокислый, раствор 200 г/дм³.

Буферный раствор pH=5,7÷96 см³ уксусной кислоты и 115 см³ аммиака разбавляют водой до 1000 см³.

Ксиленоловый оранжевый.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 и насыщенный раствор.

Смесь ксиленолового оранжевого с хлористым натрием в соотношении 1 : 100.

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

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

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

Стандартный раствор цинка: 1 г цинка растворяют в 25 см³ соляной кислоты (1 : 1), раствор выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 100 см³ соляной кислоты (1 : 1), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,001 г цинка.

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

3.2.1. *Установка массовой концентрации раствора трилона Б по цинку*

50 см³ стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до 300 см³, добавляют около 0,1 г смеси ксиленолового оранжевого с хлористым натрием, нейтрализуют аммиаком до появления слабо-фиолетовой окраски, добавляют 2,5 см³ раствора серноватистокислого натрия, 1 см³ раствора фтористого натрия, 10 см³ буферного раствора и титруют раствором трилона Б до изменения окраски в желтую.

Массовая концентрация раствора трилона Б (T), выраженная в г/см^3 цинка, рассчитывается по формуле

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

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

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Подготовка хроматографических колонок к работе*

50 г анионита (мелкая фракция) помещают в стакан вместимостью 500 см^3, заливают 400 см^3 насыщенного раствора хлористого натрия и выдерживают 24 ч при комнатной температуре. Раствор сливают и промывают смолу декантацией соляной кислотой (1 : 20) до полного удаления железа (реакция с роданистым калием). Затем смолу последовательно промывают раствором гидроокиси натрия 50 г/дм^3, раствором гидроокиси натрия 100 г/дм^3 до полного удаления хлорид-иона (реакция с азотнокислым серебром), промывают водой до слабощелочной реакции промывной жидкости и обрабатывают тремя порциями 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты по 100 см^3 каждая.

В нижнюю часть ионообменной колонки помещают тампон из стеклянной ваты, затем заполняют колонку слоем высотой 300—320 мм, при этом тщательно следят за тем, чтобы пузырьки воздуха не задерживались между зернами смолы. После заполнения колонки через смолу пропускают 100 см^3 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты.

Перед проведением анализа высота 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты над смолой должна быть 10—20 мм.

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

3.4. Проведение анализа

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

Навеску сплава массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 300 см^3 и растворяют в 20 см^3 смеси для растворения при нагревании.

После растворения осторожно выпаривают раствор досуха. К охлажденному остатку добавляют 10 см^3 серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 50 см^3 воды, кипятят до растворения солей, охлаждают и оставляют стоять 4 ч. Осадок сернокислого свинца отфильтровывают на плотный фильтр, промывая стакан

и осадок серной кислотой (3 : 100). Осадок отбрасывают, а фильтрат выпаривают досуха. Охлажденный остаток растворяют в 50 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты при нагревании. Раствор пропускают через колонку со скоростью 2 см³/мин. Стакан и колонку промывают 200 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты с той же скоростью до исчезновения реакции на ионы меди, никеля и железа. Цинк элюируют с той же скоростью 300 см³ воды и собирают элюат в коническую колбу вместимостью 500 см³. К раствору добавляют около 0,1 г смеси ксиленолового оранжевого с хлористым натрием; нейтрализуют аммиаком до появления слабо-фиолетовой окраски, добавляют 2,5 см³ раствора серноватистокислого натрия, 1 см³ раствора фтористого натрия, 10 см³ буферного раствора и титруют раствором трилона Б до изменения окраски в желтую.

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

Навеску сплава 0,25 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 20 см³ азотной кислоты (1 : 1) при нагревании и раствор выпаривают досуха. К остатку добавляют 10 см³ концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха еще три-четыре раза до полного удаления азотной кислоты, прибавляя каждый раз по 10 см³ соляной кислоты. Охлажденный сухой остаток растворяют в 50 см³ 2 моль/дм³ соляной кислоты при нагревании и далее анализ проводят, как указано в п. 3.4.1.

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, израсходованный на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³;

m — масса навески, г.

3.5.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и между результатами двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

3.5.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, в соответствии с ГОСТ 25086.

4. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте или смеси азотной и фтористоводородной кислот (при массовой доле

кремния свыше 0,5 %) или смеси бромистоводородной кислоты и брома (при массовой доле олова и свинца свыше 0,05 %), отделении меди электролитически или хроматографически на анионите из 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и полярографическом определении цинка на хлоридноаммиачном фоне в интервале потенциалов от минус 1 до минус 1,5 В относительно насыщенного каломельного электрода.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колонки ионообменные диаметром 15 мм, высотой 200—300 мм.

Полярограф переменного тока со всеми принадлежностями.

Допускается применение других полярографов.

Смола ионообменная АВ-17 по ГОСТ 20301.

Допускается применение других смол типа слабых анионитов (ЭДЭ-10П, АН-31, Дауэкс и т. п.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 1, 3 : 100, и 2 моль/дм³ раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

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

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2567.

Бром по ГОСТ 454.

Смесь для растворения свежеприготовленная: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с 1 частью брома.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Калия гидрат окиси технический по ГОСТ 9285, раствор 50 и 100 г/дм³.

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

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

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, 1 моль/дм³ раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 1 моль/дм³ раствор.

Хлоридноаммиачный буферный раствор: готовят смешиванием равных объемов 1 моль/дм³ растворов хлористого аммония и аммиака.

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

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Ртуть по ГОСТ 4658 марки Р0, обезвоженная.

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

Стандартный раствор цинка: 0,1 г цинка растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г цинка.

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. *Подготовка ионообменных колонок к работе*

50 г ионообменной смолы фракций 0,25—0,5 мм помещают в

стакан вместимостью 500 см³ и заливают 400 см³ раствора хлористого натрия. Смолу выдерживают в растворе 24 ч при комнатной температуре. Сливают и промывают смолу декантацией соляной кислотой (3 : 100) до полного удаления железа (реакция с роданистым калием). Смолу последовательно промывают раствором гидроокиси калия 50 г/см³, затем раствором гидроокиси калия 100 г/дм³ до полного удаления хлорид-ионов (реакция с азотнокислым серебром). Смолу промывают дистиллированной водой до слабощелочной реакции промывной жидкости, затем обрабатывают тремя порциями 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты по 100 см³ каждая. В нижнюю часть ионообменной колонки помещают тампон из стеклянной ваты, затем заполняют колонку слоем смолы высотой 200 мм, при этом тщательно следят за тем, чтобы пузырьки воздуха не задерживались между зернами смолы. После заполнения колонки через нее пропускают еще 100 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты. Подготовленная колонка может быть использована для 20—25 непрерывных анализов.

Перед проведением анализа высота 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты над смолой должна быть 10—20 мм. В процессе работы над верхним краем смолы слой жидкости должен быть не менее 15—20 мм.

По окончании ионообменного разделения и элюирования цинка смолу регенерируют промыванием водой до слабокислой (pH 2) реакции промывной жидкости, затем пропусканием 100 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. *При анализе сплавов с массовой долей олова, свинца и кремния менее 0,05%*

Навеску массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 20 см³ азотной кислоты (1 : 1).

Раствор выпаривают до сиропообразного состояния, добавляют 10 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Выпаривание с 10 см³ соляной кислоты проводят трижды, после чего сухой остаток растворяют в 50—70 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и пропускают полученный раствор через ионообменную колонку со скоростью 2 см³/мин.

Промывают колонку 150 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты со скоростью вытекания жидкости 2 см³/мин и элюируют цинк 250 см³ воды со скоростью 1,5—2 см³/мин, собирая элюат в стакан вместимостью 300 см³.

Раствор упаривают до объема 2—3 см³, разбавляют хлоридно-аммонийным буферным раствором, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доливают до метки тем же раствором. Спустя 10 мин часть раствора переносят в полярографическую ячейку и полярографируют раствор при соответствующей чувстви-

тельности прибора (высота пика или волны цинка должна быть не менее 10—15 мм) от минус 1,0 до минус 1,5 В относительно насыщенного каломельного электрода. Одновременно с определением цинка в анализируемой пробе выполняют полярографическое определение пробы с добавкой стандартного раствора. Для этого к пробе с массой 1 г добавляют стандартный раствор цинка таким образом, чтобы содержание цинка в добавке равнялось предполагаемому содержанию цинка в анализируемой пробе и далее поступают, как при определении цинка в анализируемой пробе.

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

Навеску массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, осторожно добавляют 20 см³ смеси для растворения и осторожно выпаривают раствор досуха. Выпаривание с 15 см³ смеси для растворения повторяют еще три раза. К остатку приливают 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления густого белого дыма серной кислоты. Охлаждают стакан, добавляют 30 см³ воды, нагревают до кипения, охлаждают и отфильтровывают остаток на плотный фильтр, промывая его раствором серной кислоты (3 : 100). Остаток отбрасывают. Фильтрат выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 50—70 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты, пропускают через колонку и далее поступают, как указано в п. 4.4.1.

4.4.3. *Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05%*

Навеску массой 1 г помещают в платиновую чашку, растворяют в 20 см³ азотной кислоты с добавлением 2 см³ фтористоводородной кислоты, затем добавляют 20 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления густого белого дыма серной кислоты. Охлаждают чашку, ополаскивают ее стенки водой и выпаривают досуха. Остаток растворяют в 50—70 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты, пропускают через колонку и далее поступают, как указано в п. 4.4.1.

4.5. Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{(h_1 - h_x) \cdot C \cdot V}{(h_2 - h_1) \cdot n} \cdot 100,$$

где h_1 — высота волны (пика) цинка, соответствующая раствору анализируемой пробы, мм;

h_x — высота волны (пика) цинка в контрольном опыте, мм;

C — концентрация стандартного раствора, г/см³;

V — объем добавки, см³;

h_2 — высота волны (пика) цинка, соответствующая раствору анализируемой пробы с добавлением стандартного раствора, мм;

m — масса навески, г.

4 5 2 Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл 2.

Таблица 2

Массовая доля цинка %	Допускаемые расхождения %	
	d	D
От 0 001 до 0 003 включ	0 0005	0 0007
Св 0,003 » 0 005 »	0 001	0,001
» 0 005 » 0 01 »	0 002	0 003
» 0,01 » 0 05 »	0 005	0 007
» 0 05 » 0,10 »	0 010	0 01
» 0 10 » 0 25 »	0 015	0 02
» 0 25 » 0,60 »	0 03	0 04

4 5 3 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8 315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

5 1 Сущность метода

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

5 2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для цинка

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 . 1 и 1 · 100

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

Смесь кислот смешивают один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 1.

Цинк по ГОСТ 3640

Стандартные растворы цинка

Раствор цинка А: 0,1 г цинка растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г цинка.

Раствор цинка Б: 10 см³ раствора цинка А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г цинка.

Медь по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г меди.

Никель по ГОСТ 849.

Стандартный раствор никеля: 10 г никеля растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г никеля.

5.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г берут для определения массовых долей цинка 0,001 до 0,05% и массой 0,1 г для определения массовых долей цинка от 0,05% до 0,6%.

5.3.1. *Для сплавов, не содержащих кремния, олова и вольфрама*

Навеску сплава растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. Одновременно проводят контрольный опыт.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в пламени ацетилен-воздух при длине волны 213,9 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2. *Для сплавов с массовой долей олова свыше 0,05%*

Навеску сплава растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки 1 моль/дм³ раствором соляной кислоты. Одновременно проводят контрольный опыт. Измеряют атомную абсорбцию цинка, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. *Для сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05%*

Навеску сплава помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. Одновременно проводят кон-

трольный опыт. Измеряют атомную абсорбцию цинка, как указано в п. 5.3.1.

5.3.4. *Для сплавов, содержащих вольфрам*

Навеску сплава растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1), затем добавляют 30 см³ горячей воды и выпавший осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на плотный фильтр и промывают горячей азотной кислотой (1 : 100). Фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. Одновременно проводят контрольный опыт. Измеряют атомную абсорбцию, как указано в п. 5.3.1.

5.3.5. *Построение градуировочного графика*

В восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора А цинка, что соответствует 0,01; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 и 0,6 мг цинка. Во все колбы приливают по 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты. При массовой доле цинка менее 0,05% добавляют по 10 см³ раствора меди (если медь является основой сплава) или никеля (если никель является основой сплава) и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию цинка, как указано в п. 5.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю цинка (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация цинка в анализируемом растворе сплава, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация цинка в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

5.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных полярографическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Б. П. Краснов, Ю. М. Лейбов, А. Н. Боганова, И. А. Воробьева, Л. В. Морейская

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6689.4—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8315—91	2.4.3, 3.5.3, 4.5.3, 5.4.3
ГОСТ 61—75	2.2, 3.2
ГОСТ 454—76	3.2, 4.2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 849—70	5.2
ГОСТ 859—78	5.2
ГОСТ 1277—75	3.2, 4.2
ГОСТ 2567—89	3.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 3640—79	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 3773—72	4.2
ГОСТ 4139—75	3.2, 4.2
ГОСТ 4204—77	3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 4207—75	4.2
ГОСТ 4217—77	2.2
ГОСТ 4233—77	3.2, 4.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2 3.2, 4.2 5.2
ГОСТ 4463—76	2.2
ГОСТ 4658—73	4.2
ГОСТ 6344—73	2.2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1
ГОСТ 9285—78	4.2
ГОСТ 9293—74	4.2
ГОСТ 10484—78	4.2, 5.2
ГОСТ 10652—73	2.2, 3.2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 19522—74	2.2

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 20015—88	2 2
ГОСТ 20301—74	3 2, 4 2
ГОСТ 20848—75	2 2
ГОСТ 25086—87	Разд 1, 2 4 3, 3 5 3, 4 5 3, 5 4 3
ГОСТ 27068—86	2 2

Редактор *И В Виноградская*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *М С Кабашова*

gost.e-ecolog.ru

Подп в печ 20 08 92 Усл п л. 1,0 Усл кр отт 1,0 Уч изд л 1,02.
Тир 740 экз

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер , 3
Тип. «Московский печатник». Москва Лялин пер , 6 Зак 1313