Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения цинка

Magnesium alloys.
Methods for determination of zinc

ГОСТ 3240.3—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения цинка (при массовой доле цинка от 0,02 до 8 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 3240.0.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА

2.1. Сущность метода

Метод основан на восстановлении цинка на ртутном капающем электроде в аммиачном электролитном фоне в области потенциалов от минус 1,0 до 1,4 В.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф типа ОП или другой, обеспечивающий данную чувствительность.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, насыщенный раствор.

Фон электролитный; готовят следующим образом: на 1000 $см^3$ раствора берут 100 г хлористого аммония, 100 $см^3$ аммиака, 50 г сернистокислого натрия.

Цинк по ГОСТ 3640 марки Ц0.

Стандартный раствор цинка: 1 г цинка растворяют в 30 $см^3$ раствора соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг цинка.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

2.3. Массу навески сплава определяют в зависимости от массовой доли цинка в количествах, указанных в табл. 1. Пробу помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 30 $см^3$ раствора соляной кислоты и переводят в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1. К раствору добавляют 15 $см^3$ аммиака и доливают до метки электролитным фоном, перемешивают и полярографируют при потенциале от минус 1,0 до минус 1,4 В.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Масса навески, г	Объем мерной колбы, $см^3$
От 0,02 до 0,1	1	250
Св. 0,1 » 1	0,25	250
» 1 » 5	0,25	500
» 5 » 8	0,1	500

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

2.1—2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.1. Построение градуировочного графика

Массу навески металлического магния берут в зависимости от массовой доли цинка в количествах, указанных в табл. 1, в пять стаканов вместимостью 100 см^3, растворяют в 30 см^3 раствора соляной кислоты, добавляют последовательно в каждый стакан 0; 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см^3 стандартного раствора цинка, что соответствует 0; 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 и 20,0 мг цинка. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки электролитным фоном, перемешивают и снимают диффузионные волны цинка при потенциале от минус 1,0 до минус 1,4 В.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot H \cdot 100}{(H_1 - H) \cdot m_1},$$

где H — высота волны исследуемого раствора, мм;

H_1 — высота волны исследуемого раствора с добавкой стандартного раствора цинка, мм;

m — количество цинка, соответствующее взятой стандартной добавке, г;

m_1 — масса навески сплава, г.

2.4.1а. Массовую долю цинка (X_1) по градуировочному графику в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot H \cdot 100}{K \cdot m \cdot 10^6},$$

где H — высота волны испытуемого раствора, мм;

V — общий объем раствора, см^3;

K — отношение высоты волны стандартного раствора в мм к концентрации свинца в мг/дм^3;

m — масса навески сплава, г.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,02 до 0,05	0,005
Св. 0,05 » 0,10	0,010
» 0,10 » 0,3	0,03
» 0,3 » 1,0	0,05
» 1,0 » 3,0	0,10
» 3,0 » 8,0	0,2

2.5. Контроль точности измерений

Контроль точности измерений массовой доли цинка от 0,02 до 8,0 % проводят с использованием Государственного стандартного образца ГСО 3363.

Кроме того, могут быть использованы государственные стандартные образцы магниевых сплавов, вновь выпущенные, а также отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли цинка методом добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии азотной кислоты и последующем измерении атомной абсорбции цинка при длине волны 213,9 нм в пламени ацетилен — воздух. Высота фотометрируемого участка 1 см. Компоненты, а также примеси, содержащиеся в магниевых сплавах, на результаты анализа не влияют, однако для идентификации условий распыления анализируемых и градуировочных растворов в последних уравниваются содержания основы пробы, а также кислот.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, перегнанная, разбавленная 1:1.

Магний по ГОСТ 804 марки Мг96.

Раствор магния 50 г/дм^3: 50 г магния осторожно растворяют в 800 см^3 раствора соляной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,05 г магния.

Цинк по ГОСТ 3640 марки Ц0.

Стандартные растворы цинка

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г цинка растворяют в 50 см^3 соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 100 см^3 раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют бидистиллированной водой до метки.

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

Вода бидистиллированная по ГОСТ 4517.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 250—300 см^3, растворяют в 30 см^3 соляной кислоты с добавлением 5—10 капель азотной кислоты и кипятят для удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки, перемешивают и проводят разбавление в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

Содержание цинка, %	Разбавление раствора, см^3
От 0,02 до 0,08	—
Св. 0,08 » 0,7	10/100
» 0,7 » 5	10/100 и 10/100
» 5 » 10	10/100 и 10/250

Параллельно пробе проводят анализ контрольного опыта.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика на атомно-абсорбционном спектрофотометре относительно бидистиллированной воды при длине волны 213,9 нм в пламени ацетилен — воздух.

Массовую долю цинка в пробе и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика при массовой доле цинка от 0,02 до 0,08 % в серию мерных колб вместимостью 100 см^3 вводят по 20 см^3 раствора магния, а также 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг цинка.

При массовой доле цинка от 0,08 до 0,7 % в серию мерных колб вместимостью 100 см^3 вводят по 2 см^3 раствора магния, а также 0; 0,8; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,08; 0,20; 0,40; 0,60 и 0,80 мг цинка.

При массовой доле цинка от 0,7 до 5,0 % в серию мерных колб вместимостью 100 см^3 вводят по 0,2 см^3 раствора магния, а также 0; 0,6; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,06; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 и 0,50 мг цинка.

При массовой доле цинка от 5 до 10 % в серию мерных колб вместимостью 250 см^3 вводят по 0,2 см^3 раствора магния, а также 0; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25 мг цинка.

Растворы для градуирования доливают водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию цинка согласно п. 3.3.1.

Из полученных значений атомной абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, вычитают значение атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартного раствора, и по полученным значениям атомной абсорбции раствора и соответствующим им содержаниям цинка строят градуировочный график.

3.1—3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

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

m_2 — масса цинка в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, взятая для спектрофотометрирования, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля цинка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля цинка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,02 до 0,05	0,0015	Св. 0,75 до 2,0	0,06
Св. 0,05 » 0,10	0,007	» 2,0 » 5,0	0,10
» 0,10 » 0,25	0,006	» 5,0 » 8,0	0,25
» 0,25 » 0,75	0,025		

3.5. Контроль точности измерений проводят по п. 2.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889

3. ВЗАМЕН ГОСТ 3240—56 в части разд. IV

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—97	2.5	ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 195—77	2.2	ГОСТ 3773—72	2.2
ГОСТ 804—93	2.2, 3.2	ГОСТ 4517—87	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 25086—87	2.5
ГОСТ 3640—94	2.2, 3.2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)

gost.e-ecolog.ru