ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

ГОСТ 24978—91
(ИСО 4740—89)

Издание официальное

26 р. 40 к. БЗ 6—91/411

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

ГОСТ 24978—91
(ИСО 4740—85)

Издание официальное

МОСКВА — 1991

УДК 669.35'5:5.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

Методы определения цинка

ГОСТ 24978—91

Copper-zinc alloys.
Methods for determination of zinc

(ИСО 4740—85)

ОКСТУ 1709

Дата введения с 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает титриметрические комплексонометрические методы определения цинка при массовой доле цинка от 3 до 45 % и атомно-абсорбционный метод определения цинка при массовой доле цинка от 3 до 10 % в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527 и ГОСТ 17711.

Допускается проводить определение цинка в медно-цинковых сплавах по международному стандарту ИСО 4740—85, приведенному в приложении.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением: за результат анализа принимают среднее арифметическое трех (двух) параллельных определений.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСНО-МЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в смеси соляной и азотной кислот, маскировании мешающих элементов тиомочевиной, лимоннокислым аммонием и роданидом аммония, экстрагировании комплекса цинка метилизобутилкетоном, реэкстракции в водную фазу и титровании цинка при pH 5,0—5,2 раствором трилона Б в присутствии ксиленолового оранжевого.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

2 Зак. 2028

2.2. Реактивы и растворы

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Смесь соляной кислоты (1:1) и азотной кислоты в соотношении 3:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

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

Аммоний лимоннокислый трехзамещенный или аммоний лимоннокислый двухзамещенный.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522.

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

Метилизобутилкетон (МИБК).

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

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор 5 г/дм^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Ксиленоловый оранжевый, смесь с хлористым натрием в соотношении 1:100.

Гексаметилентетрамин (уротропин).

Цинк металлический марки Ц0 по ГОСТ 3640.

Стандартный раствор цинка: 1,0 г цинка растворяют в 10 см^3 соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,05 моль/дм^3 раствор: 18,61 г трилона Б растворяют в воде при нагревании, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

2.3. Определение массовой концентрации раствора трилона Б по цинку

50 см^3 стандартного раствора цинка помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3, прибавляют по каплям аммиак до появления неисчезающего легкого помутнения. Затем прибавляют 50 см^3 соляной кислоты (1:4), 50 см^3 раствора маскирующей смеси и далее поступают в соответствии с п. 2.4.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (T), выраженную в граммах цинка на 1 см^3 раствора, вычисляют 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.

2.4. Проведение анализа

В зависимости от массовой доли цинка навеску сплава (табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 25 см³ раствора смеси кислот. После полного растворения навески раствор кипятят для удаления оксидов азота. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³
От 3,0 до 10,0 включ.	1	50
Св 10,0 » 20,0 »	2	25
» 20,0 » 30,0 »	0,5	25
» 30,0 » 45,0 »	0,5	20

Аликвотную часть раствора (табл. 1) помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, доливают водой до 50 см³ и при перемешивании прибавляют по каплям аммиак до появления неисчезающего легкого помутнения. Затем добавляют 5 см³ соляной кислоты (1:1) и при тщательном перемешивании добавляют 70 см³ (при массовой доле цинка от 3 до 10 %) или 50 см³ (при массовой доле цинка свыше 10 %) раствора маскирующей смеси. Затем добавляют 50 см³ метилизобутилкетона и энергично встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз переводят водную фазу во вторую делительную воронку вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ метилизобутилкетона и экстракцию повторяют. После разделения слоев водную фазу сливают и отбрасывают, а органическую фазу присоединяют к содержимому в первой делительной воронке. Вторую делительную воронку ополаскивают объединенные экстракты в первой делительной воронке.

После расслоения фаз удаляют водную фазу, а промытую органическую фазу помещают в стакан вместимостью 400 см³. Делительную воронку ополаскивают 25 см³ соляной кислоты (1·4), затем 100 см³ воды и оба промывных раствора присоединяют к органической фазе. Добавляют 20 см³ раствора фтористого аммония, 20 см³ раствора тиомочевины и раствор тщательно перемешивают.

Добавляют на кончике шпателя 0,1 г смеси ксиленового оранжевого с хлористым натрием и вводят небольшими порциями уротропин до появления красно-фиолетовой окраски водной фазы и установления pH 0,5—5,2 по индикаторной бумаге «Рифан» и

титруют цинк раствором трилона Б при перемешивании обеих фаз до перехода красно-фиолетовой окраски водной фазы в желтую. Перед концом титрования контролируют pH раствора и, при необходимости, добавляют уротропин или соляную кислоту (1:4) для установления pH 5,0—5,2 и титруют, прибавляя раствор трилона Б по каплям при тщательном перемешивании обеих фаз.

2.5. Обработка результатов

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

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

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

T — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г цинка, на 1 см³;

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

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

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	d, %	D, %
От 3 до 5 включ.	0,10	0,14
Св. 5 » 15 »	0,15	0,21
» 15 » 30 »	0,25	0,35
» 30 » 45 »	0,30	0,42

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

2.5.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении навески сплава в смеси соляной и азотной кислот и измерений атомной абсорбции цинка в пламени ацетилен-воздух при длине волны 213,8 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для цинка.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Смесь кислот соляной и азотной в соотношении 1:1.

Цинк металлический марки Ц0 по ГОСТ 3640.

Стандартные растворы цинка

Раствор А: 0,1 г цинка растворяют в 30 см³ соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг цинка.

Раствор Б: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг цинка.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 30 см³ смеси кислот.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают аликвотную часть раствора — 5 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в анализируемом растворе параллельно с раствором для построения градуировочного графика и раствором контрольного опыта в пламени ацетилен-воздух, используя излучение при длине волны 213,8 нм.

3.4. Построение градуировочного графика

В семь из восьми мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Б цинка; 1,0; 1,5 и 2,0 см³ стандартного раствора А цинка, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,15 и 0,20 мг цинка.

Во все колбы наливают по 2 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию цинка непосредственно перед и после измерения абсорбции цинка в анализируемом растворе.

3.5. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(c_1 - c_2)V}{m} \cdot 100,$$

где c_1 — концентрация цинка в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см³;

c_2 — концентрация цинка в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора анализируемой пробы, см³;

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

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

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

3.5.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом титровании цинка в присутствии хромогена черного в качестве индикатора после отделения меди тиосульфатом натрия и связывании железа и никеля в комплексе аммиачным раствором диметилглиоксима.

4.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Смесь кислот для растворения, свежеприготовленная: один объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 250 г/дм³.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат), раствор 200 г/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор 100 г/дм³.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор 10 г/дм³ аммиачный.

Метиловый красный, раствор 1 г/дм³.

Хромоген черный.

Индикаторная смесь: хромоген черный хорошо растирают с хлористым натрием в отношении 1:100.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы 0,025 и 0,01 моль/дм³, готовят из фиксанала или следующим образом: 9,305 г или 3,7224 г трилона Б растворяют в 500 см³ воды при

нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки водой.

Цинк по ГОСТ 3640, марки Ц0 или Ц00.

Стандартный раствор цинка: 0,1 г металлического цинка растворяют в 15 см³ соляной кислоты (1:1), раствор выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 10 см³ соляной кислоты (1:1), и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,001 г цинка.

Определение массовой концентрации раствора трилона Б.

25 см³ стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 25 см³ раствора хлористого аммония, 2—3 капли метилового красного и раствор нейтрализуют аммиачным раствором диметилглиоксима до перехода окраски из красной в желтую и еще избыток 5 см³, затем добавляют 5—6 капель раствора калия двухромовокислого, индикаторной смеси и раствор титруют трилоном Б до перехода красно-фиолетовой окраски в зеленую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (T), выраженную 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, израсходованный на титрование, см³.

4.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ смеси кислот и растворяют при нагревании. К охлажденному раствору добавляют 4 см³ серной кислоты и выпаривают до выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь выпаривают до выделения белого дыма серной кислоты. К охлажденному остатку добавляют 80 см³ воды и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. В сплавах, содержащих свинец, колбу оставляют стоять для отстаивания осадка сернокислого свинца. Можно отфильтровать осадок через сухой плотный фильтр в сухую колбу. Затем отбирают аликвотную часть раствора (см. табл. 3), помещают в стакан вместимостью 250 см³ и добавляют воды до 100 см³. В раствор добавляют тиосульфата натрия до появления белой мути, кипятят раствор до коагуляции осадка сернистой меди и получения прозрачного раствора над осадком. Раствор фильтруют через фильтр в коническую колбу вместимостью 500 см³, осадок на фильтре промывают несколько раз горячей водой и отбрасывают.

Таблица 3

Массовая доля цинка, %	Аликвотная часть раствора, см³	Навеска, соответствующая аликвотной части раствора, г	Концентрация раствора трилона Б, моль/дм³
От 3 до 10 включ.	50	0,1	0,01
Св. 10 » 20 »	25	0,05	0,025
» 20 » 30 »	15	0,03	0,025
» 30 » 45 »	10	0,02	0,025

К фильтрату добавляют 25 см³ раствора хлористого аммония для удержания цинка в растворе, 2—3 капли метилового красного и раствор нейтрализуют аммиачным раствором диметилглиоксима до перехода окраски из красной в желтую и еще избыток 5 см³. В раствор добавляют 5—6 капель раствора калия двухромовокислого, индикаторной смеси и титруют трилоном Б (см. табл. 3) до перехода красно-фиолетовой окраски в зеленую.

4.4. Обработка результатов

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

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

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

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

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

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

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

4.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

5. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

5.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом титровании цинка в присутствии ксиленолового оранжевого в качестве индикатора после предварительного отделения меди и свинца электролизом, марганца — в виде двуокиси марганца, железа — в виде гидроокиси, никеля — в виде диметилглиоксимата, осаждают из электролита одновременно.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка электролизная с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4.

Кислота винная по ГОСТ 5814, раствор 500 г/дм^3.

Кислота уксусная по ГОСТ 62, 0,1 моль/дм^3, раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3766, разбавленный 1:1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 20 г/дм^3.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 200 г/дм^3.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, раствор 200 г/дм^3.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор 5 г/дм^3.

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 0,5 г/дм^3.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, насыщенный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Буферный раствор pH=5,5—5,7:18 г уксуснокислого натрия, 46 г уксуснокислого аммония и 20 см^3 раствора уксусной кислоты растворяют в 1 дм^3 воды. Проверяют и устанавливают pH раствора на pH-метре, добавляя уксусную кислоту или аммиак.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,05 моль/дм^3 (см. приготовление п. 2.2).

Цинк по ГОСТ 3640, марки Ц0 или Ц00.

Стандартный раствор цинка (см. приготовление п. 2.2).

Определение массовой концентрации раствора трилона Б.

5 см^3 стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 1 см^3 раствора винной кислоты, 5 см^3 раствора фтористого натрия и раствор нейтрализуют аммиаком до pH=5 по бумаге «конго». Затем добавляют 40 см^3 буферного раствора, 1 см^3 раствора ксиленолового оранжевого и раствор титруют трилоном Б до перехода сиреневой окраски в желтую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (T), выраженную в граммах цинка на 1 см^3 раствора, вычисляют по формуле

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

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

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

5.3. Проведение анализа

Навеску массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 15 см³ раствора азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют сначала без нагревания, а затем при нагревании.

После растворения навески и удаления оксидов азота кипячением ополаскивают стекло и стенки стакана водой, разбавляют раствор водой до 100—150 см³ (если в сплаве содержится олово, то его отфильтровывают), добавляют 7 см³ раствора серной кислоты и выделяют медь электролизом по ГОСТ 1652.1. Если в сплаве содержится свинец свыше 0,5 %, то раствор серной кислоты добавляют через 25—30 мин после начала электролиза.

Электролит, после отделения меди, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора — 50 см³ в стакан вместимостью 250 см³, добавляют воды 50 см³ и если в сплаве содержится марганец, свыше 0,5 %, то нейтрализуют растворами аммиака и углекислого натрия до pH=3—4 по универсальной индикаторной бумаге. Раствор нагревают почти до кипения, добавляют 10 см³ раствора надсернокислого аммония, для осаждения марганца в виде двуокиси марганца, кипятят раствор под крышкой до разрушения надсернокислого аммония и затем охлаждают раствор.

Раствор нейтрализуют до pH≒5—6 раствором аммиака и дают еще в избыток 3 см³. Затем раствор нагревают до 60 °С, добавляют 20 см³ раствора диметилглиоксима для осаждения никеля и раствор с осадком выдерживают 20—30 мин в темном месте. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают раствором хлористого аммония 8—10 раз, собирая фильтрат в стакан, в котором проводили осаждение никеля.

Фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ до метки, доливают водой и перемешивают.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают аликвотную часть раствора (см. табл. 3), добавляют 1 см³ раствора винной кислоты, 5 см³ раствора фтористого натрия и раствор нейтрализуют раствором аммиака по бумаге «конго» до pH=5. Затем добавляют 40 см³ буферного раствора, 1 см³ ксиленолового оранжевого и раствор титруют трилоном Б до перехода окраски раствора из сиреневой в желтую.

5.4. Обработка результатов

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

$$X_3 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

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

T — массовая концентрация раствора трилона Б по цинку, г/дм^3;

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

5.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), приведенных в табл. 2.

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

5.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

МЕДЬ И МЕДНЫЕ СПЛАВЫ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА

Пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический метод

ИСО 4740—85

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический метод определения массовой доли цинка в меди и медных сплавах всех типов, кроме сплавов, содержащих более 10 % свинца.

Метод применим при массовой доле цинка от 0,001 до 6 %.

2. Ссылка

ИСО 1811. (ГОСТ 24231) Медь и медные сплавы. Отбор и подготовка проб для химического анализа

Часть 1 Отбор проб от литых изделий

Часть 2 Отбор проб от полуфабрикатов, полученных обработкой давлением, и отливок

3. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси фтористоводородной, борной и азотной кислот и распылении раствора в пламени воздушно-ацетиленовой горелки спектрометра Измерение поглощения резонансной линии цинка (атомной абсорбции) производят при длине волны 213,8 нм.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в анализируемом растворе параллельно с градуировочными растворами

4. Реактивы

При анализе используют реактивы квалификации ч д. а. и дистиллированную или деионизированную воду

4 1 Смесь фтористоводородной, борной и азотной кислот

Смешивают 300 см³ раствора борной кислоты (концентрации 40 г/дм³) 30 см³ фтористоводородной кислоты (ГОСТ 10484), 500 см³ азотной кислоты (ГОСТ 4461) и 150 см³ воды.

4 2 Медь, фоновый раствор

Взвешивают 10 г меди, содержащей не более 0,0002 % цинка, в тефлоновый стакан вместимостью 1000 см³. Добавляют 400 см³ смеси кислот и нагревают до полного растворения меди Кипятят раствор до прекращения выделения паров окиси азота коричневого цвета Охлаждают и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³ Доливают до метки водой и перемешивают

50 см³ этого раствора содержат 1 г меди и 40 см³ смеси кислот.

4.3. Цинк, основной стандартный раствор, содержащий 5 г/дм³ цинка

Помещают (2,5±0,0001) г металлического цинка (чистотой 99,99 %) в высокий стакан вместимостью 250 см³. Добавляют 50 см³ раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461 —, разбавленной 1:1), накрывают стакан крышкой и слегка нагревают до растворения металла. Кипятят раствор в течение нескольких минут до прекращения выделения паров окиси азота, затем охлаждают. Переливают раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ этого стандартного раствора содержит 5 мг цинка.

4.4. Цинк, стандартный раствор, содержащий 0,5 г/дм³ цинка

Помещают 100,0 см³ основного стандартного раствора цинка в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ этого стандартного раствора содержит 0,5 мг цинка.

4.5. Цинк, стандартный раствор, содержащий 0,05 г/дм³ цинка

Помещают 10,0 см³ основного стандартного раствора цинка в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ этого стандартного раствора содержит 0,05 мг цинка.

4.6. Цинк, стандартный раствор, содержащий 0,01 г/дм³ цинка

Помещают 2,0 см³ основного стандартного раствора цинка в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ этого стандартного раствора содержит 0,01 мг цинка.

5. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура с дополнением:

5.1. Стаканы тефлоновые вместимостью 1000 и 250 см³.

5.2. Бюретки с ценой деления 0,05 см³.

5.3. Пламенный атомно-абсорбционный спектрометр. Лампа с полым цинковым катодом или безэлектродная разрядная лампа.

5.4. Компрессор для подачи сжатого воздуха.

5.5. Баллон с ацетиленом.

6. Отбор проб

Отбор проб производят в соответствии с международным стандартом ИСО 1811. Металл должен быть преимущественно в виде сверлильной стружки толщиной не более 0,3 мм.

7. Проведение анализа

7.1. Приготовление градуировочных растворов

7.1.1. *Массовая доля цинка от 0,001 до 0,01 %*

В четыре мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают стандартный раствор цинка концентрацией 0,01 г/дм³ и фоновый раствор меди в количестве, указанном в табл. 1. Доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 1

Объем стандартного раствора цинка (по п. 4.6), см³	Объем фонового раствора меди (по п.4.2), см³	Масса цинка в 100 см³ раствора после разбавления, мг
0*	50	0
1	50	0,01
5	50	0,05
10	50	0,10

* Холостая проба для градуировки.

7.1.2. *Массовая доля цинка от 0,005 до 0,06 %*

В шесть мерных колб вместимостью по 200 см³ помещают стандартный раствор цинка концентрацией 0,05 г/дм³ и фоновый раствор меди в количестве, указанном в табл. 2. Доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 2

Объем стандартного раствора цинка (по п.4 5), см³	Объем фонового раствора меди (по п.4 2), см³	Масса цинка в 100 см³ раствора после разбавления, мг
0*	50	0
1	50	0,025
2	50	0,050
4	50	0,10
8	50	0,20
12	50	0,30

* Холостая проба для градуировки.

7.1.3. *Массовая доля цинка от 0,05 до 0,60 %*

В шесть мерных колб вместимостью по 200 см³ помещают стандартный раствор цинка концентрацией 0,5 г/дм³ и фоновый раствор меди в количестве, указанном в табл. 3. Доливают до метки водой и перемешивают. По 100 см³ полученных растворов помещают в шесть мерных колб вместимостью по 1000 см³, доливают каждую колбу до метки водой и перемешивают.

Таблица 3

Объем стандартного раствора цинка, см³	Объем фонового раствора меди, см³	Масса цинка в 100 см³ раствора после разбавления, мг
0*	50	0
1	50	0,025
2	50	0,05
4	50	0,10
8	50	0,20
12	50	0,30

* Холостая проба для градуировки.

7.1.4. *Массовая доля цинка от 0,5 до 6 %*

В шесть мерных колб вместимостью по 200 см³ помещают стандартный раствор цинка с концентрацией 5 г/дм³ и фоновый раствор меди в количестве, указанном в табл. 4. Доливают до метки водой и перемешивают. По 10 см³ полученных растворов помещают в шесть мерных колб вместимостью по 1000 см³, доливают каждую колбу до метки водой и перемешивают.

7.2. Приготовление раствора для анализа

7.2.1. Помещают навеску для анализа (стружку) массой (1±0,0002) г в тефлоновый стакан. Если нагрев производится в водяной бане, можно использовать стаканы из полипропилена или полиэтилена низкой плотности.

Таблица 4

Объем стандартного раствора цинка, см³	Объем фонового раствора меди, см³	Масса цинка в 100 см³ раствора после разбавления, мг
0*	50	0
1	50	0,025
2	50	0,05
4	50	0,10
8	50	0,20
12	50	0,30

* Холостая проба для градуировки.

7.2.2. Добавляют 40 см³ смеси кислот, накрывают крышкой и слегка подогревают до растворения навески, затем нагревают до температуры приблизительно 90 °С и выдерживают до прекращения выделения паров окиси азота. Обмывают водой крышку и стенки стакана и охлаждают.

7.2.3. При массовой доле цинка 0,001—0,01 % переливают весь раствор (п. 7.2.2) в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

7.2.4. При массовой доле цинка 0,005—0,06 % переливают весь раствор (п. 7.2.2) в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

7.2.5. При массовой доле цинка 0,05—0,6 % переливают весь раствор (п. 7.2.2) в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Помещают 100 см³ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

7.2.6. При массовой доле цинка 0,5—6 % переливают весь раствор (п. 7.2.2) в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Помещают 10 см³ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

7.3. Спектрометрические измерения

7.3.1. *Подготовка прибора (см. также руководство изготовителя по особенностям оптимальной настройки применяемого прибора).*

Включают электрическую систему и дают ей прогреться. Устанавливают лампу с полым цинковым катодом и выводят аналитическую линию 213,8 нм. Следует регулировать пламя воздушно-ацетиленовой горелки.

7.3.2. *Измерение градуировочных растворов*

Помещают порции градуировочных растворов в маленькие лабораторные стаканы, а затем распыляют растворы в пламени горелки. Следует принять меры к тому, чтобы распыление всех градуировочных растворов происходило с постоянной скоростью. Регистрируют абсорбцию каждого градуировочного раствора. После распыления каждого раствора распыляют небольшую порцию воды для того, чтобы прочистить горелку.

Может понадобиться усиление сигнала, если стандартные растворы имеют минимальное содержание цинка (п. 7.1.1).

7.3.3. *Построение градуировочного графика*

Используя результаты измерения градуировочных растворов строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс концентрацию цинка (мг в 100 см³), а по оси ординат — соответствующее значение абсорбции, вычитая из значений абсорбции для каждого градуировочного раствора значение абсорбции холостого опыта.

Примечание. Градуировочная кривая может иметь излишнюю кривизну. Эта кривизна может появляться, когда абсорбция в средней точке выходит

за пределы 0,55 абсорбции градуировочного раствора с максимальным содержанием цинка Если возникает такая ситуация, то градуировочные растворы надо разбавить до минимального содержания цинка, необходимого для получения оптимальной кривизны Растворы для анализа также надо разбавить в той же пропорции

7 3 4 *Измерение раствора для анализа*

Измеряют абсорбцию анализируемого раствора и холостой пробы таким же образом, что и градуировочных растворов Проводят сравнение испытуемого раствора с двумя соответствующими градуировочными растворами Все измерения выполняют в точной последовательности и без перерывов, чтобы свести к минимуму инструментальные флуктуации погрешности

7 4 Холостая проба

Холостую пробу производят одновременно с определением анализируемой пробы по той же методике, используя те же количества реактивов и меди, что и при анализе, но без навески анализируемой пробы

7 5 Контрольное измерение

Предварительную проверку оборудования проводит, приготовив раствор стандартного материала или синтезированный раствор, содержащих известное количество цинка и имеющий состав, аналогичный составу анализируемого материала, и выполняя операции, приведенные в пп 7 2 и 7 3

8. Обработка результатов

С помощью соответствующего градуировочного графика (п 7 3 3) определяют концентрацию цинка в растворе по измеренной абсорбции

Массовую долю цинка, в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{(m_2-m_1)\,f\,V}{1000\,m_0},$$

где m_0 — масса навески для анализа, г,

m_1 — масса цинка, определенная в холостой пробе, мг,

m_2 — масса цинка, определенная в анализируемом растворе, мг;

f — отношение объема раствора в первой колбе к объему, перелитому во вторую колбу, $f=1$, если в первой колбе содержится окончательный раствор для испытания, т е разбавление раствора не производится,

V — объем колбы, содержащей окончательный раствор для испытаний, см^3

9. Отчет об анализе

Отчет о проведении анализа должен содержать

а) методику отбора проб,

б) примененный метод анализа,

в) полученные результаты и метод их расчета,

г) все характерные особенности, замеченные при анализе,

д) все проделанные операции, не предусмотренные настоящим международным стандартом, или же считающиеся побочными

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

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

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 03.10.91 № 158

3. Приложение настоящего стандарта подготовлено методом прямого применения международного стандарта ИСО 4740—85 «Медь и медные сплавы. Определение цинка. Пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический метод»

4. ВЗАМЕН ГОСТ 24978—81

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта, раздела, приложения
ГОСТ 8.315—91	2.5.4, 5.5.4
ГОСТ 61—75	5.2
ГОСТ 83—79	5.2
ГОСТ 199—78	5.2
ГОСТ 1652.1—77	5.2
ГОСТ 3117—78	5.2
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, 4.2, 5.2
ГОСТ 3773—72	4.2, 5.2
ГОСТ 4204—77	4.2, 5.2
ГОСТ 4220—75	2.2
ГОСТ 4233—77	2.2, 4.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, приложение
ГОСТ 4463—76	5.2
ГОСТ 4518—75	2.2
ГОСТ 5817—77	5.2
ГОСТ 5828—77	4.2, 5.2
ГОСТ 6344—73	2.2
ГОСТ 10484—78	Приложение
ГОСТ 20448—90	2.2
ГОСТ 24231—80	Приложение
ГОСТ 25086—87	Разд. 1, 4.4, 5.4.4

Редактор *И В Виноградская*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *О Я Чернецова*

Сдано в наб 23.10 91 Подп в печ 25 11 91 1,25 усл п л 1,38 усл кр -отт 1,20 уч -изд л
Тир 930 экз Цена 26 р 40 к

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 123557, Москва ГСП
Новопресненский пер , 3
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 2028