Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения цинка

ГОСТ 1953.6—79

Tin bronze. Methods for the determination of zinc

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт устанавливает полярографические методы определения цинка (от 0,001 % до 0,04 % и от 0,01 % до 4 %), титриметрические методы определения цинка (от 1,5 % до 17 % и от 1,5 % до 30 %) и атомно-абсорбционный метод определения цинка (от 0,1 % до 10 %) в оловянных бронзах по ГОСТ 5017, ГОСТ 613 и ГОСТ 614.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1529—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА (от 0,001 % до 0,03 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на последовательном предварительном отделении олова в виде летучего тетрабромида и основной массы меди электролизом с последующим определением цинка на фоне ортофосфорной кислоты методом переменно-токовой полярографии.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока и ячейка с выносным анодом (насыщенный каломельный электрод) и ртутным капающим катодом.

Ртуть марки Р0 по ГОСТ 4658, осушенная.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота азотная по ГОСТ 701 и разбавленная 1:1.

Бром по ГОСТ 4109.

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

Установка электролизная.

Электроды платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота хлорная.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, 1 моль/дм^3 раствор.

Цинк марки Ц1, Ц0 или Ц00, по ГОСТ 3640, растворы.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Стандартные растворы цинка. Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г цинка растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят раствор до удаления окислов азота, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 1 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

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

2.3. Проведение анализа

Навеску бронзы (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250 см^3, накрывают стакан часовым стеклом и осторожно растворяют при нагревании в 40 см^3 смеси для растворения. При неполном растворении навески в раствор по каплям осторожно добавляют бром. По окончании растворения приливают к раствору 20 см^3 хлорной кислоты и упаривают раствор при умеренном нагревании до выделения густого белого дыма и осветления раствора. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана и часовое стекло водой и повторяют упаривание до появления густого белого дыма хлорной кислоты.

Разбавляют раствор водой до 100—150 см^3, прибавляют 7 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, и 3 см^3 концентрированной азотной кислоты. Раствор подвергают электролизу при силе тока 2,5—3 А в течение 1,5 ч. Затем к электролизу добавляют 25—30 см^3 воды и, если через 15 мин на вновь покрытой раствором поверхности катода не появляется осадок меди, электролиз считают законченным. Ополаскивают электроды водой, не прерывая тока. Электролит после электролиза выпаривают до

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Масса навески, г	Полярографируемый объем, см^3
От 0,001 до 0,005	2	25
» 0,005 » 0,015	1	10
» 0,015 » 0,03	0,5	10

влажных солей, растворяют соли в 20 см^3 1 моль/дм^3 раствора ортофосфорной кислоты, переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают раствор до метки 1 моль/дм^3 раствором ортофосфорной кислоты и перемешивают. Аликвотную часть раствора (см. табл. 1) переносят в полярографическую ячейку, пропускают через раствор азот в течение 5—6 мин и полярографируют в интервале от —0,8 до —1,3 В, регистрируя пик восстановления цинка при —1,05 В.

Содержание цинка в бронзе определяют методом стандартных добавок. Для этого 0,1—0,5 см^3 стандартного раствора Б цинка вводят в полярографическую ячейку, перемешивают раствор азотом 1 мин и далее поступают так же, как и при полярографическом определении цинка в анализируемом растворе. Объем стандартной добавки выбирают так, чтобы величина пика цинка после добавки увеличивалась в 2—3 раза по сравнению с пиком цинка при полярографировании анализируемого раствора.

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

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.4. Обработка результатов

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

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

где h_1 — высота пика цинка для анализируемого раствора, мм;

h_2 — высота пика цинка после введения стандартной добавки, мм;

h_x — высота пика цинка в контрольном опыте, мм;

C — концентрация стандартного раствора цинка, г/см^3;

V — объем стандартной добавки, см^3;

m — масса навески бронзы, взятая на полярографирование, г.

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	d, %	D, %	Массовая доля цинка, %	d, %	D, %
От 0,001 до 0,0025 включ.	0,0004	0,0006	От 0,25 до 0,50 включ.	0,03	0,04
Св. 0,0025 » 0,0050 »	0,0006	0,0008	Св. 0,5 » 1,5 »	0,04	0,06
» 0,005 » 0,010 »	0,001	0,001	» 1,5 » 3,0 »	0,07	0,10
» 0,010 » 0,025 »	0,002	0,003	» 3,0 » 5,0 »	0,10	0,14
» 0,025 » 0,050 »	0,004	0,006	» 5,0 » 10,0 »	0,12	0,2
» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,01	» 10,0 » 20,0 »	0,20	0,3
» 0,10 » 0,25 »	0,015	0,02	» 20,0 » 30,0 »	0,30	0,4

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.3. 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, указанных в табл. 2.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА (от 1,0 % до 4 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении бронзы в смеси бромисто-водородной кислоты и брома, хроматографическим отделением цинка на аниоците, элюировании цинка водой и полярографическом определении цинка на хлоридо-аммиачном фоне в интервале потенциалов от минус 1 до минус 1,5 В относительно насыщенного каломельного электрода.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колонки ионообменные диаметром 15 мм, высотой 250—300 мм.

Полярограф переменного тока со всеми принадлежностями.

Допускается применение других полярографов.

Смола ионообменная марки АВ—17 по ГОСТ 20301.

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

Кислота соляная по ГОСТ 14261, 2 моль/дм^3 раствор.

Желатин по ГОСТ 11293.

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

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2567.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения свежеприготовленная; готовят следующим образом: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с одной частью брома.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 4166.

Гидрат окиси калия (кали едкое) по ГОСТ 9285, раствор 50 и 100 г/дм^3.

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

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммонийный буферный раствор готовят следующим образом: 53 г хлористого аммония и 25 г сернистокислого натрия растворяют в 500 см^3 воды, 0,2 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.

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

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 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доливают до метки водой.

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

3.3. Подготовка ионообменных колонок к работе

50 г ионообменной смолы фракцией 0,25—0,5 мм помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$, заливают 400 $см^3$ раствора хлористого натрия. Смолу выдерживают 24 ч при комнатной температуре. Раствор сливают и промывают смолу декантацией соляной кислотой, разбавленной 3:100, до полного удаления железа (реакция с роданистым калием).

Затем смолу последовательно промывают раствором гидрата окиси калия 50 г/$дм^3$, водой, а затем раствором гидрата окиси калия 100 г/$дм^3$ до полного удаления хлорид-ионов (реакция с азотнокислым серебром), дистиллированной водой до слабощелочной реакции промывной жидкости, затем 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 смолы высотой 200 мм, при этом тщательно следят за тем, чтобы пузырьки воздуха не задерживались между зернами смолы. После заполнения колонок через смолу пропускают 100 $см^3$ 2 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты. Подготовленная колонка может быть использована для 20—25 непрерывных анализов.

Перед проведением анализа высота 2 моль/$дм^3$ 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 (pH2) реакции промывной жидкости, затем пропусканием 100 $см^3$ 2 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты.

3.4. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, осторожно добавляют 20 $см^3$ смеси для растворения и осторожно выпаривают раствор досуха. Выпаривание с 15 $см^3$ смеси для растворения повторяют еще 3 раза. К остатку приливают 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1 , и выпаривают до появления густого белого дыма серной кислоты. Охлаждают стакан, добавляют 30 $см^3$ воды, нагревают до кипения, охлаждают и отфильтровывают осадок сернокислого свинца на плотный фильтр, промывая его раствором серной кислоты, разбавленной 3:100.

Фильтрат выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 50—70 $см^3$ 2 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты и пропускают раствор через ионообменную колонку со скоростью 2 $см^3$/мин.

Промывают колонку 150 $см^3$ 2 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты со скоростью вытекания жидкости 2 $см^3$/мин и элюируют цинк 250 $см^3$ воды со скоростью 1,5—2 $см^3$/мин, собирая элюат в стакан вместимостью 300 $см^3$.

Раствор упаривают до объема 2—3 $см^3$, разбавляют хлоридно-аммонийным буферным раствором, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доливают до метки тем же раствором. Спустя 10 мин часть раствора переносят в полярографическую ячейку и полярографируют раствор при соответствующей чувствительности 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 массой 1 г добавляют стандартный раствор цинка так, чтобы содержание цинка в добавке равнялось предполагаемому содержанию цинка в анализируемой пробе и далее поступают, как при определении цинка в анализируемой пробе.

При работе с полярографом постоянного тока в раствор добавляют 1—2 кристаллика сернистокислого натрия.

3.5. Обработка результатов

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

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

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

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

m_1 — масса цинка в добавке стандартного раствора, г;

m — масса анализируемой навески, г.

3.1—3.5.1 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 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 — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

3.5.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным или титриметрическим методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

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

4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА В БРОНЗАХ, НЕ СОДЕРЖАЩИХ НИКЕЛЬ И СВИНЕЦ (от 1,5 % до 17 %)

4.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом титровании цинка в присутствии ксиленолового оранжевого в качестве индикатора после маскирования меди тиосульфатом натрия.

4.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. и разбавленная 1:1.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний фтористый (фторид) по ГОСТ 4518, раствор 200 г/дм^3.

Аммоний фтористый кислый (бифторид) по ГОСТ 9546.

Натрий серноватистокислый (натрий тиосульфат), раствор 200 г/дм^3.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 200 г/дм^3.

Ксиленоловый оранжевый.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Индикаторная смесь: ксиленоловый оранжевый тщательно 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/дм^3, готовят из фиксанала или следующим образом: 9,305 г или 3,7224 г трилона Б растворяют в 500 см^3 воды при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки водой.

Цинк по ГОСТ 3640, марки ЦО или ЦОО.

Стандартный раствор цинка: 1 г металлического цинка растворяют в 25 см^3 соляной кислоты (1:1), раствор выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 10 см^3 соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки водой.

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

Определение массовой концентрации раствора трилона Б.

25 см^3 раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3 и нейтрализуют раствором аммиака до образования гидроокиси цинка. Затем добавляют 20 см^3 раствора фторида аммония, перемешивают, добавляют сухую соль биофторида аммония до растворения осадка, 20 см^3 раствора тиосульфата натрия, 20 см^3 уксуснокислого натрия, разбавляют водой до 200 см^3, добавляют индикаторную смесь и титруют раствором трилона Б до изменения красной окраски в светло-желтую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (Т), 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, см^3.

4.3. Проведение анализа

Навеску бронзы (табл. 3) помещают в стакан вместимостью 200—300 см^3, добавляют 20 см^3 смеси кислот и растворяют при нагревании.

Таблица 3

Массовая доля цинка, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см^3	Навеска, соответствующая аликвотной части раствора, г	Концентрация раствора трилона Б, моль/дм^3
От 1,5 до 10 включ.	0,2	50	0,1	0,01
Св. 10 до 17 »	0,2	25	0,05	0,025

После растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (табл. 3) помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3 и при перемешивании добавляют по каплям раствор аммиака до выпадения осадка гидроокиси меди. Затем добавляют 20 см^3 раствора фторида аммония, перемешивают и добавляют сухую соль бифторида аммония до полного растворения осадка. К раствору добавляют 20 см^3 раствора тиосульфата натрия, 20 см^3 раствора уксуснокислого натрия (до pH 5,6—6,0), разбавляют водой до 200 см^3, добавляют индикаторную смесь и титруют раствором трилона Б (табл. 3) до изменения красно-сиреневой окраски в светло-желтую.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. 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, см^3;

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

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

4.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных 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 — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

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

Разд. 4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА С ОТДЕЛЕНИЕМ ЦИНКА НА АНИОНИТЕ (от 1,5 % до 30 %)

5.1. Сущность метода

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

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Смола ионообменная АН—31 по ГОСТ 20301.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, 1:20 и 2 моль/дм^3 раствор.

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; готовят следующим образом: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с одной частью брома.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328, раствор 50 г/дм^3 и 100 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:5.

Натрий фтористый, раствор 100 г/дм^3.

Натрий серноватистокислый, раствор 200 г/дм^3.

Буферный раствор pH-5,7 готовят следующим образом: 96 см^3 уксусной кислоты и 115 см^3 аммиака разбавляют водой до 1000 см^3.

Ксиленоловый оранжевый.

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 и насыщенный раствор.

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

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

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

Стандартный раствор цинка; готовят следующим образом: 1 г цинка растворяют в 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 100 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают до метки водой.

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, 0,01 моль/дм^3 раствор.

Установка массовой концентрации раствора трилона Б:

50 см^3 стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют водой до 300 см^3, добавляют около 0,1 г смеси ксиленолового оранжевого с хлористым натрием, нейтрализуют аммиаком до появления слабо-фиолетовой окраски, добавляют 2,5 см^3 раствора серноватистокислого натрия, 1 см^3 раствора фтористого натрия, 10 см^3 буферного раствора и титруют раствором трилона Б до изменения 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, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3. Подготовка хроматографических колонок к работе

50 г ионообменной смолы (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, разбавленной 3:100, до полного удаления железа (реакция с роданистым калием). Затем смолу последовательно промывают раствором едкого натра 50 г/дм^3, раствором едкого натра 100 г/дм^3 до полного удаления хлорид-ионов (реакция с азотнокислым серебром), смолу 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 смолы высотой 300—320 мм при этом тщательно следят за тем, чтобы пузырьки воздуха не задерживались между зернами смолы. После заполнения колонок через смолу пропускают 100 см^3 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты.

Перед проведением анализа высота раствора соляной кислоты над смолой должна быть 10—20 мм.

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

5.4. Проведение анализа

Навеску бронзы (см. табл. 4) помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют 20 см³ смеси для растворения при нагревании. После растворения осторожно выпаривают раствор досуха. Выпаривание с 15 см³ смеси для растворения повторяют 3—4 раза. К охлажденному остатку добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 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 см³ воды, кипятят до растворения солей, охлаждают и оставляют стоять 4 ч.

Осадок сернокислого свинца отфильтровывают на плотный фильтр, промывая стакан и осадок раствора серной кислотой, разбавленной 3:100. Осадок отбрасывают, а фильтрат выпаривают досуха.

Таблица 4

Массовая доля свинца, %	Масса навески, г
От 1,5 до 5,0	1
Св. 5,0 » 10,0	0,5
» 10,0 » 30,0	0,25

Охлажденный сухой остаток растворяют в 50—70 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, пропуская раствор с той же скоростью до исчезновения реакции на ионы меди, никеля и железа.

Цинк элюируют с той же скоростью 450 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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.5. Обработка результатов

5.5.1. 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, г/см³;

m — масса навески, г.

5.5.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 2.

5.5.1, 5.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5.5.3. 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, указанных в табл. 2.

5.5.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

5.5.3, 5.5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (от 0,1 % до 10 %)

6.1. Сущность метода

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

6.2. 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, 2 моль/дм³ и 1 моль/дм³ растворы.

Смесь кислот для растворения, готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

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 2 моль/дм^3 раствора 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 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

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

6.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой (см. 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 1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты и доливают до метки этой же кислотой.

Аликвотную часть раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 5) и доливают до метки 1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты.

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

Таблица 5

Массовая доля цинка, %	Масса навески, г	Объем раствора, см^3	Объем аликвотной части раствора, см^3	Объем 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, см^3	Объем раствора после разбавления, см^3
От 0,01 до 0,05 включ.	1	100	Весь раствор	—	—
Св. 0,05 » 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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.3.1. *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 и 6,0 см^3 стандартного раствора Б цинка. Во все колбы добавляют по 10 см^3 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты и доливают до метки водой.

Измеряют атомную абсорбцию цинка, как указано в п. 6.3. По полученным данным строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

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

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

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, г.

6.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.4.3. 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, указанных в табл. 2.

6.4.4. Контроль точности результатов анализа, проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим методом в соответствии с ГОСТ 25086.

6.4.3, 6.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

7. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА В БРОНЗАХ В ПРИСУТСТВИИ НИКЕЛЯ И СВИНЦА (от 1,5 % до 17 %)

7.1. 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.

7.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и 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/дм^3.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат), раствор 200 г/дм^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор 100 г/дм^3.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор 10 г/дм^3 аммиачный.

Метиловый красный, раствор 1 г/дм^3.

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/дм^3.

Цинк по ГОСТ 3640, марки ЦО или ЦОО.

Стандартный раствор цинка: 0,1 г металлического цинка растворяют в 15 см^3 соляной кислоты (1:1), раствор выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 10 см^3 соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу вместимостью 100 мм^3 и доливают до метки водой.

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

Определение массовой концентрации раствора трилона Б

25 см^3 стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 25 см^3 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 см^3. 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 (Т), выраженную в граммах цинка на 1 см^3 раствора, рассчитывают по формуле

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

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

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

7.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 смеси кислот и растворяют при нагревании. К охлажденному раствору добавляют 4 см^3 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 100—150 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Колбу оставляют стоять для отстаивания осадка сернокислого свинца. Можно отфильтровывать осадок через сухой плотный фильтр в сухую колбу. Затем отбирают аликвотную часть раствора (см. табл. 3), помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и доливают воды до 100 см^3. В раствор добавляют тиосульфата натрия до появления белой мути, кипятят раствор до коагуляции осадка сернистой меди и получения прозрачно-

го раствора над осадком. Раствор фильтруют через фильтр в коническую колбу вместимостью 500 см^3, осадок на фильтре промывают несколько раз горячей водой и отбрасывают.

К фильтрату добавляют 25 см^3 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 см^3. 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.

7.4. Обработка результатов

7.4.1. 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, см^3;

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

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

7.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 2.

7.4.3. 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, указанных в табл. 2.

7.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 7. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

8. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА (ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОЛОВА, СВИНЦА, МЕДИ И ЦИНКА ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ)

8.1. Сущность метода

Метод основан на последовательном отделении цинка от олова, свинца и меди по ГОСТ 1953.1 из одной навески и его определении титриметрическим методом.

Олово определяют по ГОСТ 1953.6.

Свинец определяют по ГОСТ 1953.2.

Медь определяют по ГОСТ 1953.1.

Из раствора освобожденного от олова, свинца и меди определяют цинк комплексонометрическим титрованием в присутствии эриохром черного Т в качестве индикатора.

8.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка электролизная.

Электроды платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:4 и 1:100.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммиак хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Буферный раствор: 20 г хлористого аммония растворяют в воде, добавляют 100 см^3 раствора аммиака и разбавляют водой до 1 дм^3.

Диэтилдитиокарбомат натрия по ГОСТ 8864, раствор 30 г/дм^3.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм^3.

Эриохром черный Т.

Индикаторная смесь: эриохром черный Т 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, раствор 0,025 моль/дм^3 (см. приготовление п. 4.2).

Цинк по ГОСТ 3640, марки ЦО или ЦОО.

Стандартный раствор цинка: 0,1 г цинка растворяют в 10 см^3 азотной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мм^3 и до метки доливают водой.

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

Определение массовой концентрации раствора трилона Б

10 см^3 раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 100 см^3 воды и нейтрализуют раствором аммиака до окрашивания лакмусовой бумаги в синий цвет. Затем добавляют 3 капли раствора диэтилдитиокарбамата натрия для связывания следов меди (при наличии меди раствор примет буровато-желтую окраску), 10 см^3 буферного раствора, индикаторной смеси ~0,2 г и раствор титруют раствором трилона Б до изменения вишневой окраски раствора в темно-зеленую.

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

$$T = \frac{0{,}01}{V},$$

где 0,01 — масса цинка, взятая на титрование, г;

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

8.3. Проведение анализа

Раствор освобожденный от олова, свинца и меди (см. п. 8.1), переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3 и нейтрализуют раствором аммиака до окрашивания лакмусовой бумаги в синий цвет. Затем добавляют 3 капли раствора диэтилдитиокарбамата натрия для связывания остаточной меди (при наличии меди раствор примет буровато-желтую окраску), 10 см^3 буферного раствора, индикаторной смеси ~0,2 г и раствор титруют раствором трилона Б до изменения вишневой окраски раствора в темно-зеленую.

Примечание. Раствор диэтилдитиокарбамата натрия можно заменить раствором тиомочевины. В таком случае в освобожденный раствор от олова, свинца и меди сначала добавляют 2 капли раствора тиомочевины, а затем проводят нейтрализацию раствора. После нейтрализации добавляют буферный раствор, индикаторную смесь и раствор титруют трилоном Б до изменения окраски раствора в синий цвет.

Раствор для титрования должен быть холодным.

8.4. Обработка результатов

8.4.1. 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, см^3;

T — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3;

m — масса навески, г.

8.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 2.

8.4.3. 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, указанных в табл. 2.

8.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 8. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВВЕДЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.10.79 № 3899

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1529—79

4. ВЗАМЕН ГОСТ 1953.6—74

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.4.4, 3.5.4, 4.4.4, 5.5.4, 6.4.4, 7.4.4, 8.4.4	ГОСТ 4166—76	3.1
		ГОСТ 4204—77	5.2, 7.2, 8.2
ГОСТ 61—75	5.2	ГОСТ 4220—75	7.2
ГОСТ 199—78	4.2	ГОСТ 4233—77	3.2, 4.2, 5.2, 7.2, 8.2
ГОСТ 454—76	5.2	ГОСТ 4328—77	5.2
ГОСТ 613—79	Вводная часть	ГОСТ 4461—77	3.2, 4.2, 6.1, 7.2, 8.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 4463—76	4.2
ГОСТ 701—89	2.2	ГОСТ 4518—75	4.2
ГОСТ 859—2001	3.2	ГОСТ 4658—73	2.2, 3.2
ГОСТ 860—75	4.2	ГОСТ 5828—77	7.2
ГОСТ 1277—75	3.1	ГОСТ 6344—73	4.2, 8.2
ГОСТ 1381—73	4.2	ГОСТ 6552—80	2.2, 3.2
ГОСТ 1953.1—79	1.1, 8.1	ГОСТ 6563—75	2.2, 8.2
ГОСТ 1953.2—79	8.1	ГОСТ 8864—71	8.2
ГОСТ 1953.3—79	8.1	ГОСТ 9285—78	3.1
ГОСТ 1953.6—79	8.1	ГОСТ 9293—74	2.2, 3.2
ГОСТ 2062—77	2.2	ГОСТ 9546—75	4.2
ГОСТ 2567—89	3.1, 5.2	ГОСТ 10652—73	4.2, 5.2, 7.2, 8.2
ГОСТ 3118—77	3.2, 4.2, 5.2, 6.2, 7.2	ГОСТ 11293—89	3.2
ГОСТ 3640—94	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2, 7.2, 8.2	ГОСТ 14261—77	3.2
		ГОСТ 19522—74	4.2
ГОСТ 3760—79	4.2, 5.2, 6.2, 7.2	ГОСТ 20301—74	3.1, 5.2
ГОСТ 3773—72	7.2, 8.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 3.5.4, 4.4.4, 5.5.4, 6.4.4, 7.4.4, 8.4.4
ГОСТ 4109—79	2.2		
ГОСТ 4139—75	3.2, 5.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., августе 1990 г. (ИУС 6—83, 11—90)

gost.e-ecolog.ru