УДК 669.715:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения цинка

Aluminium casting and deformable alloys. Methods for determination of zinc

ГОСТ 11739.24—82 (СТ СЭВ 1550—79)

Взамен ГОСТ 11739.24—78

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 6 июля 1982 г. № 2605 срок введения установлен

с 01.07.83

Постановлением Госстандарта СССР от 03.12.87 № 4365 срок действия продлен до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устаналивает титриметрические методы определения цинка (при массовой доле цинка от 0,5 до 12% и от 1 до 12%), полярографический метод определения цинка (при массовой доле цинка от 0,01 до 4%) и атомно-абсорбционный метод определения цинка (при массовой доле цинка от 0,01 до 12%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1550—79.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА (ОТ 0,5 ДО 12 %)

2.1. Сущность метода

Навеску сплава растворяют в щелочи, при этом цинк и алюминий переходит в раствор. Алюминий маскируют фторидом натрия, а цинк титруют трилоном Б в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Переиздание. Ноябрь 1989 г.

gost.e-ecolog.ru

2.2. Реактивы и растворы

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 20%-ный раствор.

Буферный раствор pH 6,0: 500 г уксуснокислого натрия (или аммония) смешивают с 20 см³ уксусной кислоты и до 1000 см³ доводят водой.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см³, разбавленная 1:5.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, 3,5%-ный раствор.

Цинк.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, 10%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, плотностью 0,91 г/см³.

Кислота аскорбиновая, 2%-ный раствор.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,025 М раствор: 9,3061 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Устанавливают титр раствора трилона Б: 2 г цинка помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют при нагревании в 100 см³ серной кислоты (1:5). Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. 10 см³ этого раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до 100 см³, вводят 1—2 капли раствора метилового оранжевого и нейтрализуют аммиаком плотностью 0,91 г/см³ до желтого окрашивания. В колбу приливают 20 см³ буферной смеси и титруют раствором трилона Б с использованием ксиленового оранжевого в качестве индикатора до перехода окраски раствора из красной в желтую.

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

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

где m — масса навески цинка, взятая для установки титра трилона Б, г;

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

Для массовой доли цинка от 0,5 до 5% пользуются раствором трилона Б, разбавленного в два раза.

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 0,5 г растворяют в 50 см³ гидроокиси натрия, приливают 200 см³ горячей воды, размешивают стеклян-

ной палочкой и нагревают до кипения. Теплый раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают на столе и доводят до метки водой. Перемешивают, отфильтровывают часть раствора и отбирают аликвотную часть раствора 100 см³ в коническую колбу на 500 см³. Приливают 15 см³ соляной кислоты (1:1), 60 см³ фтористого натрия, 10 см³ аскорбиновой кислоты и 10 см³ тиомочевины. Добавляют 10%-ного раствора аммиака до желтого цвета по метиловому оранжевому, 20 см³ буферного раствора и 10 капель 0,05%-ного ксиленолового оранжевого. Титруют раствором 0,025 М трилона Б до перехода окраски из розового цвета в желтый.

2.4. 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 — титр раствора трилона Б, г/см³;

m — масса навески сплава, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таб.1.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,5 до 1	0,05
Св 1 » 3	0,2
» 3 » 5	0,3
» 5 » 12	0,4

2.4.3. Метод применяют в народном хозяйстве СССР.

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА (ОТ 1 ДО 12 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, отделении мешающих элементов ионообменным осаждением с последующим титрованием элюата раствором трилона Б.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Ионообменная колонка. Колонку приготовляют следующим образом: ионообменную смолу измельчают в фарфоровой ступке и

путем просеивания отбирают фракции с размером зерен 0,2—0,3 мм. Смолу помещают в стеклянную трубку диаметром 1,5 см и длиной 25—30 см. В верхней части трубки имеется расширение, а нижняя часть, куда кладут небольшой слой стеклянной ваты, заканчивается стеклянным краном. Трубку наполняют набухшей в течение суток смолой. Высота слоя смолы в трубке должна быть 15—16 см. Колонку промывают 200 см³ раствора соляной кислоты (1:1) со скоростью 2 см³/мин, а потом водой до нейтральной реакции. Затем смолу высыпают в стакан, промывают раствором гидроокиси натрия и снова всыпают в трубку, после чего промывают ее 100 см³ раствора гидроокиси натрия и потом снова водой до нейтральной реакции. Для перевода смолы в хлоридную форму через колонку пропускают 150 см³ 2 н. раствора соляной кислоты. Приготовленную таким образом колонку можно использовать 20—25 раз. Каждый раз после элюирования цинка колонку промывают 150—200 см³ воды и 150 см³ 2 н. раствора соляной кислоты.

Регенерирование смолы производят промыванием раствором соляной кислоты (1 : 1) и раствором гидроокиси натрия так, как это описано выше при подготовке новой смолы.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см³, разбавленная 1:1, 1 н. и 0,005 н.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,40 г/см³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 2%-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Смола ионообменная, сильноосновный четырехаммонийный анионит полистирольного типа (например, ЭДЭ-10,П, Варион АП, Амберлит 400 и другие).

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, плотностью 1,05 г/см³.

Буфетный раствор с pH=5,8: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1000 см³ воды и устанавливают pH раствора 5,8 прибавлением уксуснокислой кислоты.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, плотностью 0,91 г/см³, разбавленный 1:5.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Ксиленоловый оранжевый, 1%-ный раствор свежеприготовленный.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 М раствор 18,62 г трилона Б растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ доливают до метки водой и перемешивают.

Устанавливают титр раствора: 3,2690 г цинка растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1) в стакане вместимостью 600 см³ при слабом нагревании. Раствор после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки

водой и перемешивают. Отмеряют 25,0 см³ раствора цинка в коническую колбу вместимостью 500 см³ и разбавляют водой до объема примерно 100 см³, добавляют 10 см³ буферного раствора и несколько капель раствора ксиленолового оранжевого и затем титруют раствором трилона Б до перехода красной окраски раствора в желтую. Титр раствора (T), выраженный в граммах цинка на 1 см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0{,}081725}{V},$$

где 0,081725 — масса цинка в 25 см³ раствора цинка, г;

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

3.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1) при слабом нагревании. К концу растворения к раствору добавляют несколько капель перекиси водорода.

Раствор охлаждают, добавляют 30 см³ 2 н. раствора соляной кислоты и 3—4 капли азотной кислоты и нагревают до растворения солей. Если раствор не прозрачен, его фильтруют через плотный фильтр и промывают 2 н. раствором соляной кислоты. Промывной раствор присоединяют к основному фильтрату.

Объединенный фильтрат выпаривают досуха, остаток растворяют в 100 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, охлаждают и пропускают через ионообменную колонку со скоростью 2—3 см³/мин. Стакан и колонку четырежды промывают порциями по 25 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, затем через смолу пропускают 100 см³ и, если в сплаве содержится свинец, — 200 см³ 1 н. раствора соляной кислоты, с постоянной скоростью 2—3 см³/мин.

Цинк элюируют 200 см³ 0,005 н. раствора соляной кислоты со скоростью вытекания 2—3 см³/мин и колонку промывают 50 см³ воды, затем операцию повторяют.

Элюат собирают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют несколько капель раствора ксиленолового оранжевого, затем раствор аммиака до перехода окраски, 15 см³ буферного раствора и титруют трилоном Б до изменения окраски из красной в желтую.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. 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 — титр раствора трилона Б по цинку, г/см^3;

m — масса навески сплава, г.

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

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 1,0 до 2,0	0,10
Св. 2,0 » 4,0	0,15
» 4,0 » 8,0	0,20
» 8,0 » 12,0	0,30

4. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в соляной кислоте, отделении мешающих элементов с последующим осаждением и ионообменом с полярографированием в гидроксиламиновой среде на полярографе переменного тока или в среде сульфосалицилового натрия (или лимоннокислого натрия) на полярографе постоянного тока.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф переменного тока или полярограф постоянного тока со всеми принадлежностями.

Ионообменная колонка. Готовят по п. 3.2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см^3, разбавленная 1:1, 2 н., 1 н. и 0,005 н.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,40 г/см^3.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, 10%-ный раствор.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 10 %-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—72, 2- и 15%-ные растворы.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77, насыщенный раствор, свежеприготовленный.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 0,5 %-ный раствор свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, плотностью 0,91 г/см^3.

Аммиачный раствор хлористого аммония: 45 г хлористого аммония по ГОСТ 3773—72 растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, приливают 350 см^3 аммиака, доводят до метки водой и перемешивают.

Смола ионообменная, сильноосновный четырехаммонийный анионит полистирольного типа.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 10%-ный раствор, свежеприготовленный.

Ртуть металлическая.

Азот газообразный в баллоне.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Цинк металлический.

Стандартный раствор цинка: 0,5000 г цинка растворяют в 15 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Раствор после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 1 мг цинка.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. В зависимости от массовой доли цинка две навески сплава массой по табл. 3 помещают в стаканы вместимостью 400 см³ и делают отметку на высоте объема 20 см³. К одной из навесок прибавляют стандартный раствор цинка объемом по табл. 3 затем оба стакана наполняют водой до отметки 20 см³, приливают небольшими порциями 25 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и слабо подогревают. В конце растворения прибавляют несколько капель раствора перекиси водорода, растворы выпаривают до сиропообразной массы. К остатку добавляют 100 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, 0,5 см³ азотной кислоты и нагревают до растворения солей. Если растворы непрозрачные, отфильтровывают через плотные фильтры и промывают 2 н. раствором соляной кислоты, далее фильтраты выпаривают до объема примерно 60 см³.

Таблица 3

Массовая доля цинка, %	Масса навески сплава, г	Объем мерной пробы, см³	Объем стандартного раствора, см³	Содержание цинка в стандартном растворе, г
От 0,01 до 0,2	1	100	0,1—0,5	0,0002—0,0005
Св. 0,2 » 0,5	1	100	2—5	0,002—0,005
» 0,5 » 2,0	0,5	100	2—8	0,002—0,008
» 2,0 » 4,0	0,5	250	10—20	0,010—0,020

4.3.2. Если содержание никеля или меди в сплаве в два раза превышает содержание цинка, полученные фильтраты выпаривают досуха, остатки растворяют при нагревании в 100 см³ 2 н. раствора соляной кислоты и растворы после охлаждения пропускают через две заранее подготовленные ионообменные колонки со скоростью 2—3 см³/мин. Затем стаканы и колонки четырежды

промывают 2 н. раствором соляной кислоты порциями по 25 см³, затем через смолу пропускают 100 см³, при содержании свинца — 200 см³ 1 н. раствора соляной кислоты с постоянной скоростью 2—3 см³/мин.

Цинк элюируют 200 см³ 0,005 н. раствора соляной кислоты со скоростью вытекания 2—3 см³/мин и операцию повторяют. Элюаты собирают в стаканы вместимостью 400 см³ и выпаривают до объема примерно 60 см³.

4.3.3. Элюируемые растворы готовят следующим образом.

4.3.3.1. В случае использования полярографа постоянного тока по 60 см³ раствора переносят в мерные колбы вместимостью, указанной в табл. 3, приливают 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты или раствора лимонной кислоты, а затем из бюретки добавляют 15%-ный раствор гидроокиси натрия до растворения образовавшегося осадка. Далее добавляют 10 см³ аммиачного раствора хлористого аммония, 2 см³ раствора желатина и 2 см³ сернистокислого натрия. При использовании мерной колбы вместимостью 250 см³ добавляют 5 см³ раствора желатина и 5 см³ раствора сернистокислого натрия. После прибавления каждого реагента растворы тщательно перемешивают. Затем колбы доливают до метки водой и перемешивают.

4.3.3.2. В случае использования полярографа переменного тока к растворам объемом по 60 см³ добавляют 2 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и кипятят в течение 1—2 мин. После охлаждения растворы переносят в мерные колбы вместимостью, указанной в табл. 3, доливают до метки водой и перемешивают.

4.3.4. Полученные растворы полярографируют.

4.3.4.1. При использовании полярографа постоянного тока из растворов, приготовленных согласно п. 4.3.3.1, отбирают необходимое количество, переносят в электролизер и полярографируют в пределах от минус 1,0 до минус 1,5 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

4.3.4.2. При использовании полярографа переменного тока растворы, приготовленные согласно п. 4.3.3.2, помещают поочередно в электролизер, наполненный ртутью пропускают азот в течение 5 мин, затем после установки прибора на определенную чувствительность производят полярографирование в пределах от минус 0,8 до минус 1,2 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

4.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса цинка в добавляемом стандартном растворе, г;

h — высота волны, соответствующая анализируемому раствору, мм;

H — высота волны раствора с добавленным стандартным раствором, мм;

m — масса навески сплава, г.

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

Таблица 4

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,05	0,005
Св. 0,05 » 0,10	0,008
» 0,10 » 0,25	0,015
» 0,25 » 0,50	0,03
» 0,50 » 1,0	0,05
» 1,0 » 2,0	0,10
» 2,0 » 4,0	0,15

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции цинка при длине волны 213,9 нм в пламени ацетилен — воздух.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для цинка.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см³, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см³, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,40 г/см³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40 %-ный раствор.

Ртуть металлическая, дистиллированная.

Никель хлористый 6-водный по ГОСТ 4038—79, 0,2 %-ный раствор.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74, чистотой не менее 99,99 % с массовой долей цинка не более 0,001 %.

Растворы алюминия

2 %-ный раствор: 20 г алюминия помещают в стакан вместимостью 1000 см³ и растворяют под часовым стеклом в 600 см³ ра-

створа соляной кислоты, добавляя ее небольшими порциями. Для ускорения растворения добавляют каплю ртути или 1 см³ раствора хлористого никеля и слегка подогревают. Далее добавляют несколько капель раствора перекиси водорода, затем избыток перекиси водорода удаляют кипячением. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

0,2 %-ный раствор: 50,0 см³ 2 %-ного раствора алюминия переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 270 см³ раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Стандартные растворы цинка

Раствор А: 1,0000 г цинка помещают в стакан вместимостью 400 см³, растворяют при слабом нагревании в 50 см³ раствора соляной кислоты, добавляя его небольшими порциями. Во время растворения стакан накрывают часовым стеклом. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1,0 мг цинка.

Раствор Б: 50,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,05 мг цинка.

Раствор В: 10,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают; готовят перед употреблением.

1 см³ раствора В содержит 0,01 мг цинка.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют примерно 30 см³ воды, накрывают часовым стеклом и приливают небольшими порциями 25 см³ раствора соляной кислоты. Для ускорения растворения раствор слегка нагревают. Затем добавляют несколько кубических сантиметров раствора перекиси водорода, а избыток его удаляют кипячением в течение 3—5 мин. После окончания растворения часовое стекло и стенки стакана ополаскивают водой и доводят объем раствора горячей водой до объема примерно 100 см³.

Если раствор не достаточно прозрачен, проводят фильтрование через плотный фильтр в другой стакан вместимостью 400 см³. Фильтр с осадком тщательно промывают 8—10 раз раствором соляной кислоты, помещают в платиновый тигель и высушивают в сушильном шкафу при 120 °С. Фильтр озоляют и прокаливают при 550 °С, не допуская его вспыхивания. После охлаждения к содержимому тигля добавляют 1 см³ раствора серной кислоты, 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты и по каплям азотной кис-

лоты до получения прозрачного раствора. Раствор выпаривают досуха и выдерживают при 700 °С в течение 10 мин. После охлаждения содержимое тигля увлажняют примерно 3 см³ горячей воды и приливают 1—2 см³ раствора соляной кислоты. Раствор слегка подогревают, при необходимости фильтруют и фильтрат присоединяют к основному раствору.

В зависимости от содержания цинка растворы для измерения приготовляют согласно табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля цинка, %	Объем раствора сплава, см³	Объем соляной кислоты, см³	Соотношение разбавления аликвотной части раствора, см³	Объем разбавленного раствора, см³
От 0,01 до 0,1	1000	30	—	1000
Св. 0,1 » 3,0	500	30	50/1000	10000
» 3,0 » 8,0	1000	30	50/1000	20000
» 8,0 » 12,0	1000	30	25/1000	40000

5.3.2. Раствор контрольного опыта готовят согласно п. 5.3.1, используя вместо анализируемой пробы алюминий с разбавлением, соответствующим раствору пробы.

5.3.3. Для построения градуировочного графика в зависимости от содержания цинка в пробе растворы готовят следующим образом.

5.3.3.1. При массовой доле цинка от 0,01 до 0,1 % в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отмеряют 1,0; 3,0; 5,0; 8,0 и 10,0 см³ раствора В, что соответствует 0,01; 0,03; 0,05; 0,08 и 0,10 мг цинка. В шестую колбу раствор В не добавляют. В каждую колбу отмеряют по 5 см³ 2%-ного раствора алюминия и 3 см³ раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

5.3.3.2. При массовой доле цинка свыше 0,1 до 3,0% в восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая отмеряют 1,0; 3,0; 5,0 и 10 см³ раствора В, 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,01; 0,03; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 и 0,30 мг цинка. В девятую колбу стандартный раствор не добавляют. В каждую колбу добавляют по 5 см³ 0,2%-ного раствора алюминия и 3 см³ раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

5.3.3.3. При массовой доле цинка свыше 3,0 до 8,0 % в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая отмеряют 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,15; 0,20; 0,25; 0,30; 0,35 и 0,40 мг цинка. В седьмую колбу стандартный раствор не добавляют. В каждую колбу отмеряют по 2,5 см³ 0,2%-ного раствора алюминия и 3 см³ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.3.4. При массовой доле цинка свыше 8,0 до 12,0 % в пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая отмеряют 4,0; 4,5; 5,0; 5,5 и 6,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,200; 0,225; 0,250; 0,275 и 0,300 мг цинка. В шестую колбу раствор Б не добавляют. В каждую колбу добавляют по 25 см³ 0,2%-ного раствора алюминия и 3 см³ раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

5.3.4. Включают прибор и оставляют на 20—30 мин до стабилизации. После соответствующей установки прибора в пламя распыляют растворы, приготовленные для построения градуировочного графика, затем раствор контрольного опыта и раствор пробы. После каждого измерения распыляют воду. По разнице значений интенсивности излучения растворов с добавлением цинка и раствора без добавления цинка строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где m_1 — масса цинка в аликвотной части анализируемого раствора, найденная по градуировочному графику, г;

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

V_1 — объем разбавленного раствора пробы (10000, 20000, 40000 см³), см³;

V_2 — объем раствора для построения градуировочных графиков, см³;

m — масса навески сплава, г.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,05	0,005
Св. 0,05 » 0,10	0,008
» 0,10 » 0,25	0,015
» 0,25 » 0,5	0,03
» 0,5 » 1,0	0,05
» 1,0 » 2,0	0,10
» 2,0 » 4,0	0,15
» 4,0 » 8,0	0,20
» 8,0 » 12,0	0,30

gost.e-ecolog.ru

5.4.3. Метод применяют при разногласии в оценке качества сплавов.