

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения цинка

Magnesium alloys.
Methods for determination of zincГОСТ
3240.3—76МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА

2.1. Сущность метода

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

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф типа ОП или другой, обеспечивающий данную чувствительность.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернистоокислый по ГОСТ 195, насыщенный раствор.

Фон электролитный; готовят следующим образом: на 1000 см³ раствора берут 100 г хлористого аммония, 100 см³ аммиака, 50 г сернистоокислого натрия.

Цинк по ГОСТ 3640 марки Ц0.

Стандартный раствор цинка: 1 г цинка растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг цинка.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

2.3. Массу навески сплава определяют в зависимости от массовой доли цинка в количествах, указанных в табл. 1. Пробу помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты и переводят в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1. К раствору добавляют 15 см³ аммиака и доливают до метки электролитным фоном, перемешивают и полярографируют при потенциале от минус 1,0 до минус 1,4 В.

Таблица 1

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

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

2.1—2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).**2.3.1. Построение градуировочного графика**

Массу навески металлического магния берут в зависимости от массовой доли цинка в количествах, указанных в табл. 1, в пять стаканов вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты, добавляют последовательно в каждый стакан 0; 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см³ стандартного раствора цинка, что соответствует 0; 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 и 20,0 мг цинка. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки электролитным фоном, перемешивают и снимают диффузионные волны цинка при потенциале от минус 1,0 до минус 1,4 В.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

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

где H — высота волны исследуемого раствора, мм;

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

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

m_1 — масса навески сплава, г.

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

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

где H — высота волны испытуемого раствора, мм;

V — общий объем раствора, см³;

K — отношение высоты волны стандартного раствора в мм к концентрации свинца в мг/дм³;

m — масса навески сплава, г.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.5. Контроль точности измерений

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

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

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли цинка методом добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА**3.1. Сущность метода**

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

Таблица 2

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

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

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

Магний по ГОСТ 804 марки Mg96.

Раствор магния 50 г/дм³: 50 г магния осторожно растворяют в 800 см³ раствора соляной кислоты.Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.1 см³ раствора содержит 0,05 г магния.

Цинк по ГОСТ 3640 марки Ц0.

Стандартные растворы цинка

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г цинка растворяют в 50 см³ соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют бидистиллированной водой до метки и перемешивают.1 см³ раствора содержит 0,001 г цинка.Раствор Б; готовят следующим образом: 100 см³ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и разбавляют бидистиллированной водой до метки.1 см³ раствора содержит 0,0001 г цинка.

Вода бидистиллированная по ГОСТ 4517.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

3.3. Проведение анализа3.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 250—300 см³, растворяют в 30 см³ соляной кислоты с добавлением 5—10 капель азотной кислоты и кипятят для удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки, перемешивают и проводят разбавление в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

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

Параллельно пробе проводят анализ контрольного опыта.

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

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

3.3.2 Построение градуировочного графикаДля построения градуировочного графика при массовой доле цинка от 0,02 до 0,08 % в серию мерных колб вместимостью 100 см³ вводят по 20 см³ раствора магния, а также 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг цинка.При массовой доле цинка от 0,08 до 0,7 % в серию мерных колб вместимостью 100 см³ вводят по 2 см³ раствора магния, а также 0; 0,8; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,08; 0,20; 0,40; 0,60 и 0,80 мг цинка.При массовой доле цинка от 0,7 до 5,0 % в серию мерных колб вместимостью 100 см³ вводят по 0,2 см³ раствора магния, а также 0; 0,6; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,06; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 и 0,50 мг цинка.При массовой доле цинка от 5 до 10 % в серию мерных колб вместимостью 250 см³ вводят по 0,2 см³ раствора магния, а также 0; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25 мг цинка.

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

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

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

3.4. Обработка результатов

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

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

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Таблица 4

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

3.5. Контроль точности измерений проводят по п. 2.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

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

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

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

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

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

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