

# СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

## Методы определения цинка

Издание официальное



БЗ 4—98/820

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
Минск

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Всероссийский институт легких сплавов» (ОАО ВИЛС), Межгосударственным техническим комитетом МТК 297 «Материалы и полуфабрикаты из легких и специальных сплавов»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 12 ноября 1998 г. № 14—98)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 апреля 1999 г. № 132 межгосударственный стандарт ГОСТ 11739.24—98 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 года

4 ВЗАМЕН ГОСТ 11739.24—82

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Общие требования . . . . .	1
4 Титриметрический метод определения цинка . . . . .	2
5 Атомно-абсорбционный метод определения цинка . . . . .	4
Приложение А Библиография . . . . .	7

## СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

## Методы определения цинка

Aluminium casting and wrought alloys.  
Methods for determination of zinc

Дата введения 2000—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле от 0,1 до 12,0 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,01 до 6,0 %) методы определения цинка.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое
- ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия
- ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 4038—79 Никель (II) хлорид 6-водный. Технические условия
- ГОСТ 4139—75 Калий роданистый. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
- ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
- ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)
- ГОСТ 10727—91 Нити стеклянные однонаправленные. Технические условия
- ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
- ГОСТ 20301—74 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия
- ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

## 3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

3.1.1 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

## 4 Титриметрический метод определения цинка

### 4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода, отделении цинка от мешающих компонентов ионным обменом на сильноосновной смоле, титровании цинка раствором трилона Б с дитизоном или ксиленоловым оранжевым в качестве индикатора.

### 4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Колонки стеклянные ионообменные диаметром 25—30 мм, высотой 350—400 мм с расширением в верхней части и краном в нижней. В качестве колонок допускается использовать бюретки вместимостью 50 см<sup>3</sup>, диаметром 12—15 мм, высотой 450—500 мм.

pH-метр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1, 1:20 и с молярной концентрацией 2; 1 и 0,005 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 плотностью 1,05 г/см<sup>3</sup> и раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>: 58 см<sup>3</sup> уксусной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:5.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Буферный раствор с pH 5,8: 500 г уксуснокислого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в 800 см<sup>3</sup> воды, доливают водой до метки и перемешивают. Используя pH-метр, устанавливают pH раствора 5,8, при необходимости прибавляя уксусную кислоту.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 50 и 100 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Бумага индикаторная универсальная.

Индикатор конго красный: 0,1 г реагента растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды при слабом нагревании, раствор охлаждают и перемешивают.

Индикаторная бумага конго: фильтры средней плотности («белая лента») пропитывают раствором конго красного, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С, нарезают и хранят в боксе. Бумага пригодна к применению в течение одного месяца.

Вата стеклянная по ГОСТ 10727.

Ксиленоловый оранжевый, раствор 10 г/дм<sup>3</sup> свежеприготовленный.

1,5 — дифенилтиокарбазон (дитизон) [1], раствор 0,25 г/дм<sup>3</sup> свежеприготовленный: 0,05 г дитизона растворяют в 200 см<sup>3</sup> этилового спирта.

Смола ионообменная — сильноосновный четырехаммонийный анионит полистиролового типа марок АН31, АВ17, ЭДЭ-10П или другой анионит данной группы по ГОСТ 20301 с размером частиц от 0,150 до 0,300 мм. Допускается применение импортных смол Дауэкс 1 × 2, Де-Ацидит FFSR A62.

Цинк по ГОСТ 3640 марки ЦВ00.

Стандартный раствор цинка: 1 г цинка помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, осторожно, небольшими порциями 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при умеренном нагревании. Раствор, охлажденный до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г цинка.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм<sup>3</sup>: 7,5 г трилона Б помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор при необходимости фильтруют, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по цинку устанавливают одним из следующих способов.

4.2.1 В три конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают по 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора, что соответствует 10 мг цинка, приливают 100 см<sup>3</sup> воды и аммиак до перехода синей окраски бумаги конго в красную, pH 5—5,5. В раствор приливают 20 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония (pH 5—5,5, проверяют по универсальной индикаторной бумаге, добавляя при необходимости раствор уксусной кислоты), 50 см<sup>3</sup> ацетона, 2 см<sup>3</sup> раствора дитизона и

титруют раствором трилона Б до перехода красной окраски раствора в желтую. Окраска раствора не должна изменяться от прибавления двух избыточных капель раствора трилона Б.

4.2.2 В три конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают по 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора, что соответствует 10 мг цинка, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> буферного раствора, три капли раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода малиновой окраски раствора в светло-желтую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по цинку  $T$ , г/см<sup>3</sup>, определяют с каждой партией анализируемых проб и вычисляют по формуле

$$T = \frac{C \cdot V}{V_1}, \quad (1)$$

где  $C$  — массовая концентрация стандартного раствора цинка, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем стандартного раствора цинка, используемый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

#### 4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 50 г смолы помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup> и промывают декантацией раствором соляной кислоты 1:20 до отрицательной реакции на железо с роданид-ионом (отсутствие розовой окраски). Затем приливают 400 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 0,005 моль/дм<sup>3</sup> и выдерживают при комнатной температуре в течение 24 ч.

На дно колонки над краном помещают небольшой слой стеклянной ваты, затем наполняют колонку суспензией смолы высотой 200—250 мм (при диаметре колонки 25—30 мм) или 350—400 мм (при диаметре колонки 12—15 мм), избегая образования пузырьков воздуха или воздушных каналов.

В процессе подготовки смолы и колонки, а также при проведении анализа смола должна быть покрыта слоем жидкости высотой не менее 10—20 мм.

Смолу в колонке промывают последовательно раствором гидроксида натрия 50 г/дм<sup>3</sup> и 100 г/см<sup>3</sup> с объемным расходом 2—3 см<sup>3</sup>/мин до отрицательной реакции на хлорид-ион с азотно-кислым серебром (отсутствие белой мути), затем водой до слабощелочной реакции промывной жидкости (рН 8, проверяют по универсальной индикаторной бумаге). После этого смолу три раза обрабатывают порциями по 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> с объемным расходом 2—3 см<sup>3</sup>/мин.

4.3.2 По окончании хроматографического разделения смолу регенерируют промыванием водой до слабокислой реакции промывной жидкости (рН 5—6 по универсальной индикаторной бумаге), затем пропускают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> с объемным расходом 2—3 см<sup>3</sup>/мин и заполняют колонку раствором той же кислоты.

#### 4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 5—10 см<sup>3</sup> воды, осторожно, малыми порциями, 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и нагревают до растворения.

Таблица 1

Массовая доля цинка, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г
От 0,1 до 1,5 включ.	2	Весь раствор	2
Св. 1,5 » 3,0 »	1	50	0,25
» 3,0 » 6,0 »	0,5	50	0,1
» 6,0 » 12,0 »	0,25	50	0,0625

Затем добавляют по каплям пероксид водорода (приблизительно 1 см<sup>3</sup>) до полного растворения меди, выпаривают до влажных солей, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> и нагревают до растворения солей. Раствор фильтруют через плотный фильтр («синяя лента»), предварительно промытый горячим раствором соляной кислоты 1:1 и горячей водой, фильтр с осадком промывают 30—50 см<sup>3</sup> горячего раствора соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup>.

#### 4.4.2 При массовой доле цинка от 0,1 до 1,5 %

Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, охлаждают до комнатной температуры, приливают раствор соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> до объема 150 см<sup>3</sup> и добавляют 0,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты.

#### 4.4.3 При массовой доле цинка св. 1,5 до 12,0 %

Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, охлаждают до

комнатной температуры, доливают раствором соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> до метки и перемешивают.

4.4.4 Раствор, полученный по 4.4.2, или аликвотную часть раствора, полученного по 4.4.3 в соответствии с таблицей 1, пропускают через ионообменную колонку с объемным расходом 2—3 см<sup>3</sup>/мин. Колбу и колонку четыре раза промывают раствором соляной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> порциями по 25 см<sup>3</sup>, а затем 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> с тем же объемным расходом. Если в сплаве присутствует свинец, то объем раствора соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> увеличивают до 200 см<sup>3</sup>.

Цинк элюируют 250 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 0,005 моль/дм<sup>3</sup> с объемным расходом 2—3 см<sup>3</sup>/мин, собирая элюат в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Титрование элюата раствором трилона Б проводят одним из перечисленных способов.

4.4.4.1 Раствор, полученный по 4.4.4, выпаривают до объема 100 см<sup>3</sup>, приливают аммиак до перехода синей окраски бумаги конго в красную, рН 5—5,5. В раствор приливают 20 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония (рН 5—5,5, проверяют по универсальной индикаторной бумаге, добавляя при необходимости раствор уксусной кислоты), 50 см<sup>3</sup> ацетона, 2 см<sup>3</sup> раствора дитизона и титруют раствором трилона Б до перехода красной окраски раствора в желтую. Окраска раствора не должна изменяться от прибавления двух избыточных капель раствора трилона Б.

4.4.4.2 В раствор, полученный по 4.4.4, прибавляют три капли раствора ксиленолового оранжевого, раствор аммиака до перехода желтой окраски раствора в малиновую, 15 см<sup>3</sup> буферного раствора и титруют раствором трилона Б до перехода малиновой окраски раствора в светло-желтую.

4.4.5 Раствор контрольного опыта готовят по 4.4.1—4.4.4 со всеми реактивами, используемыми в ходе анализа.

#### 4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю цинка  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $V_1$  — объем раствора трилона Б, используемый для титрования раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора трилона Б, используемый для титрования раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$T$  — установленная массовая концентрация раствора трилона Б по цинку, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы или масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

4.5.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля цинка	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,10 до 0,30 включ.	0,02	0,03
Св. 0,30 » 0,75 »	0,04	0,06
» 0,75 » 1,50 »	0,06	0,08
» 1,50 » 3,00 »	0,08	0,10
» 3,00 » 6,00 »	0,10	0,15
» 6,00 » 12,00 »	0,20	0,25

## 5 Атомно-абсорбционный метод определения цинка

### 5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода и измерении атомной абсорбции цинка в пламени ацетилен-воздух при длине волны 213,9 нм.

### 5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для цинка.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1 и 1:99.

Цинк по ГОСТ 3640 марки ЦВ00.

Стандартные растворы цинка

Раствор А: 1 г цинка помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, осторожно, небольшими порциями приливают 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при умеренном нагревании. Охлажденный до комнатной температуры раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г цинка.

Раствор Б: 5 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,00005 г цинка. Раствор готовят непосредственно перед применением.

Никель (II) хлорид по ГОСТ 4038, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Растворы алюминия

Раствор А 20 г/дм<sup>3</sup>: 10 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают небольшими порциями 300 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см<sup>3</sup> раствора хлорида никеля (II). Добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3—5 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б 2 г/дм<sup>3</sup>: 50 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 270 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

### 5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 3 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> воды и осторожно, небольшими порциями, 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1. Колбу накрывают часовым стеклом, нагревают до растворения навески, добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3—5 мин.

Т а б л и ц а 3

Массовая доля цинка, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>	Объем раствора соляной кислоты 1:1, см <sup>3</sup>	Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г
От 0,01 до 0,1 включ.	1	Весь раствор	—	—	1
Св. 0,1 » 0,3 »	1	50	100	—	0,1
» 0,3 » 3,0 »	0,5	25	250	6	0,025
» 3,0 » 6,0 »	0,5	25	500	13,5	0,025

5.3.2 Прозрачный раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.3 Если остается осадок, указывающий на наличие кремния, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> через фильтр средней плотности («белая лента»), промывая осадок на фильтре 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты 1:99 порциями по 10 см<sup>3</sup> (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 2—3 мин. После охлаждения в тигель добавляют пять капель серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту (приблизительно 1 см<sup>3</sup>) до получения прозрачного раствора. Раствор выпаривают досуха, охлаждают, приливают к сухому остатку в тигле 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют его при умеренном нагревании. После охлаждения раствор присоединяют к основному раствору (при необходимости фильтруют), доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.4 В зависимости от массовой доли цинка аликвотную часть раствора (см. таблицу 3) помещают в соответствующую мерную колбу, приливают соответствующий объем раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.5 Раствор контрольного опыта готовят в соответствии с 5.3.1—5.3.4, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

### 5.3.6 Построение градуировочных графиков

5.3.6.1 При массовой доле цинка от 0,01 до 0,1 %

В восемь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора алюминия А, в



семь из них отмеряют 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001; 0,000025; 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,00025 г цинка.

5.3.6.2 При массовой доле цинка от 0,1 до 0,3 %

В семь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора алюминия А, в шесть из них отмеряют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,00025; 0,0003 г цинка.

5.3.6.3 При массовой доле цинка от 0,3 до 3,0 %

В восемь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора алюминия Б, в семь из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,00025; 0,0003 г цинка.

5.3.6.4 При массовой доле цинка от 3,0 до 6,0 %

В шесть мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают по 2,5 см<sup>3</sup> раствора алюминия Б, по 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, в пять из них отмеряют 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,00025; 0,0003 г цинка.

5.3.6.5 Растворы по 5.3.6.1 — 5.3.6.4 доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.7 Растворы пробы, контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в окислительное пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию цинка при длине волны 213,9 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям цинка строят градуировочный график в координатах «Значение атомной абсорбции — массовая концентрация цинка, г/см<sup>3</sup>». Раствор, в который не введен цинк, служит раствором контрольного опыта при построении градуировочного графика.

Массовую концентрацию цинка в растворе пробы и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю цинка  $X_1$ , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) V}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $C_1$  — массовая концентрация цинка в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация цинка в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы или масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

5.4.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4

В процентах

Массовая доля цинка	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ.	0,003	0,005
Св. 0,025 » 0,050 »	0,005	0,007
» 0,050 » 0,100 »	0,010	0,015
» 0,10 » 0,25 »	0,02	0,03
» 0,25 » 0,50 »	0,05	0,07
» 0,50 » 1,00 »	0,08	0,10
» 1,00 » 2,00 »	0,10	0,15
» 2,00 » 4,00 »	0,15	0,20
» 4,0 » 6,0 »	0,2	0,3

ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(справочное)

**Библиография**

- [1] ТУ 6-09-07-1684—89 1,5-дифенилтиокарбазон (дитизон) (Шосткинский завод химических реактивов — г. Шостка Сумской обл.)

Ключевые слова: алюминиевые сплавы, методы определения цинка, аппаратура, реактивы, растворы, анализ

---

Редактор *В.Н.Копысов*  
Технический редактор *О.Н.Власова*  
Корректор *В.С.Черная*  
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.05.99. Подписано в печать 07.06.99. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,87.  
Тираж 345 экз. С 2965. Зак. 480.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6  
Плр № 080102