

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ**Методы определения цинка**

Magnesium alloys.
Methods for determination of zinc

ГОСТ
3240.3-76

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.78
до 01.01.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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—76.

**2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА****2.1. Сущность метода**

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

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф типа ОП или другой, обеспечивающий данную чувствительность.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Аммиак по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77, 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—79 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—72 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, мл
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

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.

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
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

(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—86.

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—78. Контроль точности измерений производят в соответствии с ГОСТ 25086—87.

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.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, перегнанная, разбавленная 1:1.

Магний по ГОСТ 804—72 марки Мг96.

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—79 марки ЦО.

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—87.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. 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.

Параллельно пробе проводят анализ контрольного опыта.

Измеряют атомную абсорбцию цинка в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировоч-

ного 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.

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

3.3.2. Построение градуировочного графика

Для 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 градуиро-

вочному 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, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,02 до 0,05	0,0015
Св. 0,05 > 0,10	0,007
> 0,10 > 0,25	0,006
> 0,25 > 0,75	0,025
> 0,75 > 2,0	0,06
> 2,0 > 5,0	0,10
> 5,0 > 8,0	0,25

3.5. Контроль точности измерений проводят по п. 2.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. А. Канаев, В. А. Коренева, А. С. Соколова, Т. Е. Заборенко, М. Ф. Свиридова

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
ГОСТ 195—77	2.2
ГОСТ 804—72	2.2, 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2
ГОСТ 3640—79	2.2, 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 3773—72	2.2
ГОСТ 4517—87	3.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 25086—87	2.5
ГОСТ 8.315—78	2.5, 3.5

5. Срок действия продлен до 01.01.93 Постановлением Госстандарта СССР от 30.06.87 № 3008

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87).