

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения цинка

Tin bronze. Methods for the determination
of zinc

ГОСТ

1953.6—79*

(СТ СЭВ 1529—79)

Взамен
ГОСТ 1953.6—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1979 г. № 3899 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает полярографические методы определения цинка (от 0,001 до 0,04 % и от 0,1 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 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1529—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 тетрабромиды и основной массы меди электролизом с последующим определением цинка на фоне ортофосфорной кислоты методом переменного-токовой полярографии.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★
* Переиздание, июнь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в феврале 1983 г.; Пост. № 896 от 22.02.83 (ИУС 6—83)

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—73, осушенная.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Кислота азотная по ГОСТ 701—78 и разбавленная 1:1.

Бром по ГОСТ 4109—79.

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

Установка электролизная.

Электроды платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота хлорная.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, 1 М раствор.

Цинк марки Ц1, Ц0 или Ц00, по ГОСТ 3640—79, растворы.

Стандартные растворы цинка. Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г цинка растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят раствор до удаления окислов азота, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г цинка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 1 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г цинка.

2.3. Проведение анализа

Навеску бронзы (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250 см³, накрывают стакан часовым стеклом и осторожно растворяют при нагревании в 40 см³ смеси для растворения. При неполном растворении навески в раствор по каплям осторожно добавляют бром. По окончании растворения приливают к раствору 20 см³ 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 см³, прибавляют 7 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, и 3 см³ концентрированной азотной кислоты. Раствор подвергают электролизу при силе тока 2,5—3 А в течение 1,5 ч. Затем к электролиту добавляют 25—30 см³ 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.

Таблица 1

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

Электролит после электролиза выпаривают до влажных солей, растворяют соли в 20 см³ 1 М раствора ортофосфорной кислоты, переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают раствор до метки 1М раствором ортофосфорной кислоты и перемешивают. Аликвотную часть раствора (см. табл. 1) переносят в полярграфическую ячейку, пропускают через раствор азот в течение 5—6 мин и полярграфируют 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 см³ стандартного раствора Б цинка вводят в полярграфическую ячейку, перемешивают раствор азотом 1 мин и далее поступают также, как и при полярграфическом определении цинка в анализируемом растворе. Объем стандартной добавки выбирают таким образом, чтобы величина пика цинка после добавки увеличивалась в 2—3 раза по сравнению с пиком цинка при полярграфировании анализируемого раствора.

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

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/см³;
 V — объем стандартной добавки, см³;
 m — масса навески бронзы, взятая на полярграфирование, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения (Y) результатов анализа в процентах не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$Y = 0,0003 + 0,07X,$$

где X — массовая доля цинка в сплаве, %.

3. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

[от 0,1 до 4%]

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении бронзы в смеси бромисто-водородной кислоты и брома, хроматографическом отделении цинка на анионите, 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—74.

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

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, 2М раствор.

Желатин по ГОСТ 11293—78.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1 и 3:100.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2567—73.

Бром по ГОСТ 4109—79.

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный раствор.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 4166—76.

Гидрат окиси калия (кали едкое) по ГОСТ 9285—78, раствор 50 и 100 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 10 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммонийный буферный раствор готовят следующим образом: 53 г хлористого аммония и 25 г сернистокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, 0,2 г желатина растворяют в 50 см³ горячей воды. После охлаждения соединяют оба раствора, добавляют 75 см³ аммиака и доливают водой до 1 дм³.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, раствор 10 г/дм³.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74.

Ртуть по ГОСТ 4658—73, марки Р0, обезвоженная.

Цинк по ГОСТ 3640—73 с массовой долей цинка не менее 99,9%.

Стандартный раствор цинка: 0,1 г цинка растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ 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 см³, заливают 400 см³ 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/дм³ водой, а затем раствором гидрата окиси калия 100 г/дм³ до полного удаления хлорид-ионов (реакция с азотнокислым серебром), дистиллированной водой до слабощелочной реакции промывной жидкости, затем обрабатывают тремя порциями 2М раствора соляной кислоты по 100 см³ 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 см³ 2М раствора соляной кислоты. Подготовленная колонка может быть использована для 20—25 непрерывных анализов.

Перед проведением анализа высота 2М 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 (рН2) реакции промывной жидкости, затем пропуская 100 см³ 2М раствора соляной кислоты.

3.4. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, осторожно добавляют 20 см³ смеси для растворения и осторожно выпаривают раствор досуха. Выпаривание с 15 см³ смеси для растворения повторяют еще 3 раза. К остатку приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления густого белого дыма серной кислоты. Охлаждают стакан, добавляют 30 см³ 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 см³ 2М раствора соляной кислоты и пропускают раствор через ионообменную колонку со скоростью 2 см³/мин.

Промывают колонку 150 см³ 2М раствора соляной кислоты со скоростью вытекания жидкости 2 см³/мин и элюируют цинк 250 см³ воды со скоростью 1,5—2 см³/мин, собирая элюат в стакан вместимостью 300 см³.

Раствор упаривают до объема 2—3 см³, разбавляют хлоридно-аммонийным буферным раствором, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ 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 таким образом, 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 сернистоокислого 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.

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

Таблица 2

| Массовая доля цинка, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|------------------------|---------------------------------------|
| От 0,10 до 0,25 | 0,015 |
| Св. 0,25 > 0,50 | 0,03 |
| > 0,5 > 1,5 | 0,04 |
| > 1,5 > 3,0 | 0,07 |
| > 3,0 > 5,0 | 0,10 |
| > 5,0 > 10,0 | 0,12 |
| > 10,0 > 20,0 | 0,20 |
| > 20,0 > 30,0 | 0,30 |

Разд. 3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА (от 1,5 до 17 %)

4.1. Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом титровании цинка в органической среде, полученной после экстракционного отделения его в виде роданидного комплекса метилизобутилкетонем.

4.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:5.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73 и раствор 50 г/дм³.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный по ГОСТ 3653—78.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522—74.

Раствор маскирующих реагентов, готовят следующим образом: 60 г тиомочевины, 150 г роданистого аммония и 100 г двузамещенного лимоннокислого аммония растворяют в 1 дм³ воды и раствор фильтруют.

Метилизобутилкетон.

Промывной раствор; готовят следующим образом: смешивают 250 см³ раствора маскирующих реагентов, 250 см³ воды и 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, раствор 5 г/дм³.

Ксиленоловый оранжевый.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Индикаторная смесь; готовят следующим образом: 0,1 г ксиленолового оранжевого растирают с 10 г азотнокислого калия.

Гексаметиленetetрамин (уротропин) по ГОСТ 1381—73.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73 0,05 М раствор.

Цинк по ГОСТ 3640—79, марки Ц0 или Ц00.

Стандартный раствор цинка 0,05 М; готовят следующим образом: 3,2690 г цинка растворяют в 40 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:5, при слабом нагревании, удаляют окислы азота кипячением, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, устанавливают рН 2—3 добавлением уротропина по универсальной индикаторной бумаге и разбавляют водой до метки.

Определение титра раствора трилона Б.

20 см³ раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 100 см³ воды, 20 см³ раствора фтористого натрия, 20 см³ раствора тиомочевины, добавлением уротропина устанавливают рН 5,0—5,2 по индикаторной бумаге, вводят на кончике шпателя около 0,1 г индикаторной смеси и титруют цинк

раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в желтую.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в граммах цинка на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,06538}{V},$$

где 0,06538 — масса цинка, содержащаяся в 20 см³ стандартного раствора цинка, г;

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

4.3. Проведение анализа

Навеску бронзы (см. табл. 3) помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают смесь кислот в количестве, указанном в табл. 3, стакан накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Стекло и стенки стакана ополаскивают водой и раствор кипятят для удаления окислов азота. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 3

| Массовая доля цинка, % | Масса навески, г | Количество смеси кислот для растворения, см ³ | Аликвотная часть раствора, см ³ |
|------------------------|------------------|--|--|
| От 1,5 до 5 | 2 | 50 | 50 |
| Св. 5 » 17 | 1 | 25 | 25 |

Аликвотную часть раствора (см. табл. 3) помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, доливают водой до объема 50 см³ и при перемешивании по каплям прибавляют раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроокисей. Затем добавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4, и при перемешивании прибавляют 50 см³ раствора маскирующих реагентов. Вводят 50 см³ метилизобутилкетона и энергично встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз сливают водную фазу во вторую делительную воронку вместимостью 250 см³ и повторяют экстракцию 20 см³ метилизобутилкетона. Водную фазу отбрасывают, а оставшуюся органическую фазу объединяют с экстрактом, находящимся в первой делительной воронке. Освободившуюся вторую делительную воронку ополаскивают 20 см³ промывного раствора и затем этим промывным раствором промывают объединенные экстракты в первой делительной воронке. После разделения фаз удаляют водную фазу, а промытую органическую фазу переносят в стакан вместимостью 400 см³, делительную воронку ополаскивают 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4, 100 см³ воды и присоединяют их к органической фазе. Затем сюда же добавляют 20 см³ раствора фтористого натрия, 20 см³ раствора тиомочевины, уста-

навливают рН 5,0—5,2 добавлением уротропина (по индикаторной бумаге), добавляют на кончике шпателя около 0,1 г индикаторной смеси и титруют цинк раствором трилона Б при перемешивании обеих фаз до перехода красно-фиолетовой окраски в желтую. Перед концом титрования контролируют рН раствора и, при необходимости, добавляют уротропин или соляную кислоту, разбавленную 1:4, для установления рН 5,0—5,2.

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, см³;

T — титр раствора трилона Б, г/см³;

m — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения (Y) результатов анализа в процентах не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$Y = 0,02 + 0,015X,$$

где X — массовая доля цинка в сплаве, %.

5. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА С ОТДЕЛЕНИЕМ ЦИНКА НА АНИОНЕ

(от 1,5 до 30 %)

5.1. Сущность метода

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

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—74.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:20 и 2М раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 3:100.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2567—73.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Бром по ГОСТ 454—76.

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

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, раствор 50 г/дм³ и 100 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:5.

Натрий фтористый по ГОСТ 2871—75, раствор 100 г/дм³.

Натрий серноватистокислый, раствор 200 г/дм³.

Буферный раствор рН-5,7 готовят следующим образом: 96 см³ уксусной кислоты и 115 см³ аммиака разбавляют водой до 1000 см³.

Ксиленоловый оранжевый.

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77 и насыщенный раствор.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, раствор 10 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 10 г/дм³.

Цинк по ГОСТ 3640—79, с массовой долей цинка не менее 99,9 %.

Стандартный раствор цинка; готовят следующим образом: 1 г цинка растворяют в 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,001 г цинка.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,01М раствор.

Установка титра раствора трилона Б:

50 см³ стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до 300 см³, добавляют около 0,1 г смеси ксиленолового оранжевого с хлористым натрием, нейтрализуют аммиаком до появления слабо-фиолетовой окраски, добавляют 2,5 см³ раствора серноватистокислового натрия, 1 см³ раствора фтористого натрия, 10 см³ буферного раствора и титруют раствором трилона Б до изменения окраски в желтую.

Титр раствора трилона Б (Т), выраженный в граммах цинка на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле:

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

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

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

5.3. Подготовка хроматографических колонок к работе

50 г ионообменной смолы (мелкая фракция) помещают в стакан вместимостью 500 см³, заливают 400 см³ насыщенного раство-

ра 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 калнем). Затем смолу последовательно промывают раствором едкого натра 50 г/дм³, раствором едкого натра 100 г/дм³ до полного удаления хлорид-ионов (реакция с азотнокислым серебром), смолу промывают водой до слабощелочной реакции промывной жидкости и обрабатывают тремя порциями 2М раствора соляной кислоты по 100 см³ 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 см³ 2М 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 пропуская 100 см³ 2М раствора соляной кислоты.

5.4. Проведение анализа

Навеску бронзы (см. табл. 4) помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 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.

Таблица 4

| Массовая доля свинца, г | Масса навески, г |
|-------------------------|------------------|
| От 0,2 до 5,0 | 1 |
| Св. 5,0 » 10,0 | 0,5 |
| » 10,0 » 30,0 | 0,25 |

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

Охлажденный сухой остаток растворяют в 50—70 см³ 2М раствора соляной кислоты при нагревании. Раствор пропускают через колонку со скоростью 2 см³/мин. стакан и колонку промывают 200 см³ 2М 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, серноватистоокислого натрия, 1 см³ раствора фтористого натрия, 10 см³ буферного раствора и титруют раствором трилона Б до изменения окраски в желтую.

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 — титр раствора трилона Б, г/см³;

m — масса навески, г.

5.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 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—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 2М и 1М растворы.

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

Цинк по ГОСТ 3640—79 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 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г цинка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2М раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г цинка.

Раствор В; готовят следующим образом: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2М раствора соляной кислоты и доливают до метки водой.

1 см³ раствора В содержит 0,00001 г цинка.

6.3. Проведение анализа

Навеску бронзы (см. табл. 5) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 5), ополаскивают стенки стакана 1М 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 1М 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 2М раствора соляной кислоты, см ³ | Объем раствора после разбавления, см ³ |
|------------------------|------------------|---------------------------------|--|--|---|
| От 0,1 до 0,5 | 1 | 100 | 10 | 10 | 100 |
| Св. 0,5 » 4,0 | 0,5 | 250 | 5 | 10 | 100 |
| » 4,0 » 10 | 0,5 | 250 | 5 | 25 | 250 |

6.3.1. Построение градуировочного графика

В десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 2,5; 5,0; 10 см³ стандартного раствора В; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора Б цинка. Во все колбы добавляют по 10 см³ 2М 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/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, содержащаяся в конечном объеме раствора, г.

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

Разд. 5, 6. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1953.6—79 Бронзы оловянные. Методы определения цинка.

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.08.90 № 2414

Дата введения 01.03.91

Под наименованием стандарта поставить код: ОКСТУ 1709.

Вводная часть. Первый абзац. Заменить значение: 0,1 на 0,01; дополнить словами: «в оловянных бронзах по ГОСТ 5014—74, ГОСТ 613—79 и ГОСТ 614—73».

Пункт 1.1. Заменить слова: «по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях» на «по ГОСТ 25086—87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1—79».

Пункт 2.2. Заменить значение и ссылку: 1 М на 1 моль/дм³, ГОСТ 701—78 на ГОСТ 701—89.

Пункт 2.3. Заменить значение: 1 М на 1 моль/дм³ (2 раза).

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

(Продолжение см. с. 62)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1953.6—79)

Таблица 2

| Массовая доля цинка, % | <i>d</i> , % | <i>D</i> , % |
|---------------------------|--------------|--------------|
| От 0,001 до 0,0025 включ. | 0,0004 | 0,0006 |
| Св. 0,0025 > 0,0050 > | 0,0006 | 0,0008 |
| > 0,005 > 0,010 > | 0,001 | 0,001 |
| > 0,010 > 0,025 > | 0,002 | 0,003 |
| > 0,025 > 0,050 > | 0,004 | 0,006 |
| > 0,05 > 0,10 > | 0,008 | 0,01 |
| > 0,10 > 0,25 > | 0,015 | 0,02 |
| > 0,25 > 0,50 > | 0,03 | 0,04 |
| > 0,5 > 1,5 > | 0,04 | 0,06 |
| > 1,5 > 3,0 > | 0,07 | 0,10 |

(Продолжение см. с. 63)

| Массовая доля цинка, % | d , % | D , % |
|------------------------|---------|---------|
| Св. 3,0 до 5,0 включ. | 0,10 | 0,14 |
| » 5,0 » 10,0 » | 0,12 | 0,2 |
| » 10,0 » 20,0 » | 0,20 | 0,3 |
| » 20,0 » 30,0 » | 0,30 | 0,4 |

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.4.3, 2.4.4: «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 утвержденных по ГОСТ 8.315—78, или методом добавок, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Раздел 3. Заменить единицу: М на моль/дм³.

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

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.5.3, 3.5.4: «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 утвержденных по ГОСТ 8.315—78, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным или титриметрическими методами, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4. Титриметрический комплексометрический метод определения цинка в бронзах, не содержащих никель и свинец (от 1,5 до 17 %)

4.1. Сущность метода

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

4.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 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—79.

Аммоний фтористый (фторид) по ГОСТ 4518—75, раствор 200 г/дм³.

Аммоний фтористый кислый (бифторид) по ГОСТ 9546—75.

Натрий серноватисто-кислый (натрий тиосульфат), раствор 200 г/дм³.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор 200 г/дм³.

Ксиленоловый оранжевый.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

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—73, растворы 0,025 и 0,01 моль/дм³, готовят из фиксанала или следующим образом: 9,305 г или 3,7224 г трилона Б растворяют

(Продолжение см. с. 64)

в 500 см³ воды при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки водой.

Цинк по ГОСТ 3640—79, марки ЦО или ЦОО.

Стандартный раствор цинка: 1 г металлического цинка растворяют в 25 см³ соляной кислоты (1:1), раствор выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 10 см³ соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,001 г цинка.

Определение массовой концентрации раствора трилона Б.

25 см³ раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и нейтрализуют раствором аммиака до образования гидроксида цинка. Затем добавляют 20 см³ раствора фторида аммония, перемешивают, добавляют сухую соль бифторида аммония до растворения осадка, 20 см³ раствора тиосульфата натрия, 20 см³ уксуснокислого натрия, разбавляют водой до 200 см³, 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 см³ раствора, вычисляют по формуле

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

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

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

4.3. Проведение анализа

Навеску бронзы (табл. 3) помещают в стакан вместимостью 200—300 см³, добавляют 20 см³ 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 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (табл. 3) помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ и при перемешивании добавляют по каплям раствор аммиака до выпадения осадка гидроксида меди. Затем добавляют 20 см³ раствора фторида аммония, перемешивают и добавляют сухую соль бифторида аммония до полного растворения осадка. К раствору добавляют 20 см³ раствора тиосульфата натрия, 20 см³ раствора уксуснокислого натрия (до рН 5,6—6,0), разбавляют водой до 200 см³, 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, см³;

T — массовая концентрация раствора трилона Б по цинку, г/см³;

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

(Продолжение см. с. 65)

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—78, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Раздел 5. Заменить единицу: М на моль/дм³ (6 раз).

Пункты 5.2, 5.5.1. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация» (3 раза).

Пункт 5.4. Таблица 4. Заменить значение: 0,2 на 1,5.

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

Раздел 5 дополнить пунктами — 5.5.3, 5.5.4: «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—78, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Раздел 6. Заменить единицу: М на моль/дм³ (7 раз).

Пункт 6.3. Таблицу 5 изложить в новой редакции:

Таблица 5

| Массовая доля цинка, % | Масса навески, г | Объем раствора, см ³ | Объем алик- вотной части раствора, см ³ | Объем 2 моль/дм ³ раствора соляной кислоты, см ³ | Объем раствора после раз- бавления, см ³ |
|---------------------------|------------------------|---------------------------------------|---|---|---|
| От 0,01 до 0,05 включ. | 1 | 100 | Весь рас- твор | — | — |
| Св. 0,05 до 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 |

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

Раздел 6 дополнить пунктами — 6.4.3, 6.4.4:

«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—78, или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить разделами — 7, 8:

(Продолжение см. с. 66)

«7. Титриметрический комплексометрический метод определения цинка в бронзах в присутствии никеля и свинца (от 1,5 до 17 %)

7.1. Сущность метода

Метод основан на комплексометрическом 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—77.

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

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 250 г/дм³.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат), раствор 200 г/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, раствор 100 г/дм³.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, раствор 10 г/дм³ аммиачный.

Метиловый красный, раствор 1 г/дм³.

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—73, растворы 0,025 и 0,01 моль/дм³.

Цинк по ГОСТ 3640—79, марки ЦО или ЦОО.

Стандартный раствор цинка: 0,1 г металлического цинка растворяют в 15 см³ соляной кислоты (1:1), раствор выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 10 см³ соляной кислоты (1:1), и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,001 г цинка.

Определение массовой концентрации раствора трилона Б

25 см³ стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 25 см³ 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 см³. Затем добавляют 5—6 капель раствора калия двуххромовокислого, 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 см³ раствора, рассчитывают по формуле

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

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

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

7.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ смеси кислот и растворяют при нагревании. К охлажденному раствору добавляют 4 см³ 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 см³ воды и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Колбу оставляют стоять для отстаивания

(Продолжение см. с. 67)

осадка сернокислого свинца. Можно отфильтровать осадок через сухой плотный фильтр в сухую колбу. Затем отбирают аликвотную часть раствора (см. табл. 3), помещают в стакан вместимостью 250 см³ и доливают воды до 100 см³. В раствор добавляют тиосульфата натрия до появления белой мути, кипятят раствор до коагуляции осадка сернистой меди и получения прозрачного раствора над осадком. Раствор фильтруют через фильтр в коническую колбу вместимостью 500 см³, осадок на фильтре промывают несколько раз горячей водой и отбрасывают.

К фильтрату добавляют 25 см³ 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 см³. 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 рассчитывают по формуле

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

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора трилона Б по цинку, г/см³;

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—78, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87.

8. Титриметрический комплексометрический 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—79 из одной навески и его определении титриметрическим методом.

Олово определяют по ГОСТ 1953.6—79.

Свинец определяют по ГОСТ 1953.2—79.

Медь определяют по ГОСТ 1953.1—79.

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

8.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка электролизная.

Электроды платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:4 и 1:100.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммиак хлористый по ГОСТ 3773—72.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Буферный раствор: 20 г хлористого аммония растворяют в воде, добавляют 100 см³ раствора аммиака и разбавляют водой до 1 дм³.

Диэтилдитиокарбомат натрия по ГОСТ 8864—71, раствор 30 г/дм³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор 100 г/дм³.

(Продолжение см. с. 68)

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—73, раствор 0,025 моль/дм³ (см. приготовление п. 4.2).

Цинк по ГОСТ 3640—79, марки ЦО или ЦОО.

Стандартный раствор цинка: 0,1 г цинка растворяют в 10 см³ азотной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и до метки доливают водой.

1 см³ раствора содержит 0,001 г цинка.

Определение массовой концентрации раствора трилона Б

10 см³ раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 100 см³ 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 см³ 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 см³ 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, см³.

8.3. Проведение анализа

Раствор, освобожденный от олова, свинца и меди (см. п. 8.1), переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³ 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 см³ 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, см³;

T — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³;

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.

(Продолжение см. с. 59)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1953.6—79)

8.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315—78, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

(ИУС № 11 1990 г.)
