

НИИФТР и СТ ЦСМ при МЭИФ КР
**РАБОЧИЙ
 ЭКЗЕМПЛЯР**

СИЛУМИН В ЧУШКАХ

Методы определения цинка

ГОСТ**1762.7-71**

Aluminium-silicon alloy ingots.
 Methods for determination of zinc

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.73
 до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле цинка от 0,004 до 0,09%), полярографический (при массовой доле 0,005 до 0,1%) и атомно-абсорбционный методы определения цинка (при массовой доле цинка от 0,01 до 0,075%).
 (Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 1762.0—71.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения цинка с дитизоном, экстрагируемого четыреххлористым углеродом. Влияние меди и ряда других элементов устраняется предварительной экстракцией дитизонатов при $\text{pH} < 2$, маскированием дитизилдитиокарбаматом натрия, связыванием алюминия в цитратный комплекс.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК, спектрофотометр СФ-16, СФ-26 или аналогичные.

Вода дистиллированная, не содержащая тяжелых металлов. Воду очищают пропусканием через слой катионита (КУ-1, КУ-2), приготовленного как указано в ГОСТ 1762.6—71.

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена



431-95
 38

Катионит КУ-1, КУ-2 по ГОСТ 20298—74.

Все растворы готовят на очищенной таким способом воде.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:40, очищенный. Очищенный аммиак готовят насыщением парами аммиака очищенной воды. Для этого в эксикатор наливают раствор аммиака, на вкладыш эксикатора помещают кварцевую или платиновую чашку, содержащую очищенную воду. Через 24 ч вода насыщается аммиаком. Хранят аммиак в кварцевой или полиэтиленовой посуде.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:2, 1:5.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Дитизон (дифинилтиокарбазон) по ГОСТ 10165—79, растворы с массовой долей 0,01 и 0,002% в четыреххлористом углероде; раствор с массовой долей 0,01% готовят следующим образом: 0,05 г дитизона растворяют в 100 см³ четыреххлористого углерода, переводят раствор в делительную воронку вместимостью 1000 см³, приливают 200 см³ воды, 5 см³ раствора аммиака и энергично встряхивают содержимое воронки в течение 1—2 мин. Дитизон переходит в водноаммиачный слой, окрашивая его в оранжевый цвет. Затем раствор отстаивают до исчезновения эмульсии и разделения слоев. Слой четыреххлористого углерода отбрасывают.

К аммиачному раствору в делительной воронке приливают 200 см³ четыреххлористого углерода, подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1:5, и периодически встряхивают содержимое воронки до исчезновения оранжевой окраски водного слоя и перехода дитизона в органический слой. Раствор дитизона в четыреххлористом углероде, окрашенный в зеленый цвет, отделяют от водного слоя, промывают два раза водой и фильтруют через сухой бумажный складчатый фильтр в сухую склянку из темного стекла. Затем приливают 300 см³ четыреххлористого углерода и перемешивают. Хранят раствор в прохладном месте. При хранении дитизон частично окисляется, давая окрашенные продукты.

Перед анализом проверяют пригодность раствора дитизона, взбалтывая его с разбавленным аммиаком. При этом слой четыреххлористого углерода не должен быть окрашен; в противном случае проводят повторную очистку раствора дитизона, как описано выше.

Раствор с массовой долей дитизона 0,002% готовят перед применением из раствора с массовой долей 0,01%, разбавляя его четыреххлористым углеродом.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Фенолфталеин по НТД спиртовой раствор с массовой долей 1%.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный по ГОСТ 3653—78,

0,5 моль/дм³ очищенный раствор. Очищают следующим образом: к раствору добавляют несколько капель фенолфталеина и приливают аммиак до появления малиновой окраски. Раствор очищают экстрагированием порциями раствора с массовой долей дитизона 0,01%. Экстрагирование повторяют до получения неизменяющейся зеленой окраски экстракта. Последнюю порцию проверяют на содержание тяжелых элементов. Для этого избыток дитизона удаляют встряхиванием экстракта с 30—40 см³ разбавленного аммиака. Слой четыреххлористого углерода должен быть бесцветным. Для извлечения дитизона, перешедшего в раствор лимоннокислого аммония, последний встряхивают с несколькими порциями четыреххлористого углерода.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280—76 раствор с массовой долей 50%, очищают так же, как лимоннокислый аммоний.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864—71, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,2%.

Раствор А, готовят следующим образом: к 100 см³ раствора 0,5 моль/дм³ лимоннокислого аммония прибавляют аммиак до малинового окрашивания и разбавляют водой до 450 см³.

Раствор Б, готовят следующим образом: раствор с массовой долей 0,2% диэтилдитиокарбамата натрия смешивают с раствором А в соотношении 1:9.

Натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053—77 растворы с массовой долей 1 и 0,05%. Последний готовят разбавлением раствора с массовой долей 1% перед применением.

Метаниловый желтый, водный раствор с массовой долей 0,1%.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

Стандартные растворы цинка

Раствор В, готовят следующим образом: 0,2000 г цинка растворяют в 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:2. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг цинка.

Раствор Г, готовят перед применением путем разбавления раствора в 100 раз водой.

1 см³ раствора Г содержит 0,002 мг цинка.

Натрий серноокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Для проведения анализа используют раствор, приготовленный по п. 2.3.1 ГОСТ 1762.6—71.

В зависимости от содержания цинка из мерной колбы вместимостью 250 см³ отбирают 5—25 см³ раствора в делительную воронку вместимостью 250 см³, приливают 1—2 см³ раствора с мас-

совой долей лимоннокислого натрия 50%, 2—3 капли метанилового желтого и разбавляют водой до 40 см³. Затем нейтрализуют аммиаком до окрашивания индикатора в желтый цвет и соляной кислотой, разбавленной 1:5, до окрашивания в слабо-розовый цвет.

Приливают из бюретки 5 см³ раствора с массовой долей дитизона 0,002% и энергично встряхивают в течение 3—5 мин. После непродолжительного отстаивания дитизоновый слой отбрасывают и экстрагируют с новой порцией дитизона (5 см³) в течение 3 мин. Если необходимо, экстрагирование повторяют до неизменяющейся окраски дитизона. Органический слой вновь отбрасывают. При отбрасывании дитизонного слоя не допускают попадания водной фазы в отверстие крана.

К раствору в делительной воронке добавляют 40 см³ раствора Б, несколько капель фенолфталеина и, если необходимо, добавляют аммиак до появления малиновой окраски. Затем из бюретки добавляют 10 см³ раствора с массовой долей дитизона 0,1% и энергично встряхивают в течение 2 мин. После непродолжительного отстаивания слой четыреххлористого углерода переводят в сухой цилиндр с притертой пробкой. Экстрагирование повторяют еще два раза, используя 10 и 5 см³ раствора дитизона. Общий объем раствора дитизона, используемого для определения содержания цинка, составляет 25 см³.

Затем удаляют избыток дитизона взбалтыванием дитизонного экстракта с раствором с массовой долей сернистого натрия 0,05%. Для этого в 2—3 делительные воронки вместимостью 250 см³ наливают по 10 см³ раствора с массовой долей сернистого натрия 0,05%, в одну из них переносят содержимое цилиндра и встряхивают 3—4 раза. Слой четыреххлористого углерода переносят в следующую воронку. Эту операцию повторяют до тех пор, пока водный слой не будет оставаться бесцветным. Затем промывают раствор дитизоната цинка встряхиванием с водой и переводят его в цилиндр с притертой пробкой. Раствор дитизоната в цилиндре должен быть защищен от света.

Не позднее чем через 15—20 мин после отмытия избытка дитизона измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектродетекторном или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения раствора соответствует длине волны 538 нм. Раствором сравнения служит четыреххлористый углерод.

Для удаления остатков влаги при наполнении кювет растворы пропускают через сухой беззольный фильтр или к экстрактам в цилиндрах прибавляют 1 г безводного сульфата натрия.

Содержание цинка находят по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 250 см³ приливают по 30 см³ воды, по 2 см³ раствора с массовой долей лимоннокислого