



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СПЛАВИ МАГНІЄВІ

Визначення цинку об'ємним методом
(ISO 1783:1973, IDT)

ДСТУ ISO 1783:2013

Видання офіційне



БЗ № 11–2013/392

Київ
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ
2014

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет «Легкі, рідкісноземельні метали, вуглецеві та напівпровідникові матеріали» (ТК 10)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: Л. Лайко (науковий керівник)

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Мінекономрозвитку України від 29 листопада 2013 р. № 1424 з 2014-07-01

3 Національний стандарт відповідає ISO 1783:1973 Magnesium alloys — Determination of zinc — Volumetric method (Сплави магнієві. Визначення вмісту цинку. Об'ємний метод)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати та розповсюджувати його повністю або частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Мінекономрозвитку України

Мінекономрозвитку України, 2014

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Суть методу	1
3 Реактиви	1
4 Устаткування	3
5 Відбирання проб	3
6 Випробування	3
7 Опрацювання результатів	4
8 Зауваги	4
9 Протокол випробування	5

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є переклад ISO 1783:1973 Magnesium alloys — Determination of zinc — Volumetric method (Сплави магнієві. Визначення вмісту цинку. Об'ємний метод).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 10 «Легкі, рідкісноземельні метали, вуглецеві та напівпровідникові матеріали».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству України.

До стандарту внесені такі редакційні зміни:

- слова «Цей міжнародний стандарт» замінено на «Цей стандарт»;
- структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Передмова», «Зміст», «Національний вступ», першу сторінку та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;
- позначки одиниць фізичних величин замінено згідно із серією стандартів ДСТУ 3651–97 Метрологія. Одиниці фізичних величин: «мл» на «см³», «л» на «дм³».

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СПЛАВИ МАГНІЄВІ

Визначення цинку об'ємним методом

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Определение цинка объемным методом

MAGNESIUM ALLOYS

Determination of zinc by volumetric method

Чинний від 2014-07-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює об'ємний метод визначення вмісту цинку в магнієвих сплавах, що не містять кадмій.

Цей метод застосовний для визначення вмісту цинку з масовою часткою (0,10—8,0) %.

2 СУТЬ МЕТОДУ

Дія соляною кислотою та видалення надлишку кислоти випаровуванням. Розчиняють залишок у розчині соляної кислоти (2 н.) та пропускають розчин через основний аніоніт.

Елюювання (вимивання) абсорбованого цинку зі смоли розчином соляної кислоти (0,005 н.).

Титрування цинку стандартним розчином етилендіамінтетраоцтової кислоти (EDTA) з використанням індикатору дитизону.

3 РЕАКТИВИ

Під час випробовування використовують тільки дистильовану воду або воду рівнозначної чистоти.

3.1 Гетеропоруватий або ізопоруватий основний аніоніт типу полістиролу з четвертинними амонієвими групами (наприклад, Dowex 1×2, De-Acidite FF SRA 62 або рівнозначний) у вигляді хлориду, що містить (2—3) % поперечних зв'язків (виражених як відсоток за масою D.V.B (дивініл-бензолу)), із переважним розміром частинок (150—295) мкм (– 52 + 100 меш).

3.2 Ацетон, ρ приблизно 0,79 г/см³.

3.3 Кислота соляна, ρ приблизно 1,18 г/см³, розчин 37 % (за масою) або приблизно 12 н.

3.4 Водню пероксид, ρ приблизно 1,135 г/см³, розчин приблизно 36 % (за масою).

3.5 Кислота соляна, ρ приблизно 1,03 г/см³, розчин приблизно 2 н.

Розбавляють 170 см³ соляної кислоти (3.3) водою та доводять до об'єму 1000 см³.

3.6 Кислота соляна, ρ приблизно 1,01 г/см³, розчин приблизно 1 н.

Розбавляють 85 см³ соляної кислоти (3.3) водою та доводять до об'єму 1000 см³.

3.7 Кислота соляна, ρ приблизно 1,0 г/см³, розчин приблизно 0,005 н.

Розбавляють 5 см³ соляної кислоти (3.6) водою та доводять до об'єму 1000 см³.

3.8 Кислота азотна, ρ приблизно $1,4 \text{ г/см}^3$, розчин приблизно 67 % (за масою) або 15 н.

3.9 Аміак, ρ приблизно $0,90 \text{ г/см}^3$, розчин приблизно 28 % (за масою) або 14 н.

3.10 Кислота оцтова, ρ приблизно $1,007 \text{ г/см}^3$, розчин приблизно 1 н.

Розбавляють 58 см^3 льодяної оцтової кислоти (ρ приблизно $1,05 \text{ г/см}^3$), розчин приблизно 17,4 н., водою та доводять до об'єму 1000 см^3 .

3.11 Амонію ацетат, розчин 500 г/дм^3 .

Розчиняють 50 г ацетату амонію ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) у воді та доводять до об'єму 100 см^3 .

3.12 Цинк, стандартний розчин, що містить 2 г цинку на 1 дм^3 .

Зважують $2,00 \text{ г}$ надчистого цинку з точністю $0,001 \text{ г}$ та розчиняють у 25 см^3 розчину соляної кислоти (3.3), розбавленого приблизно 75 см^3 води. Переливають розчин кількісно в мірну колбу місткістю 1000 см^3 . Доводять до позначки та перемішують.

1 см^3 розчину містить 2 мг цинку.

3.13 Динатрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти (EDTA), стандартний об'ємний розчин $0,02 \text{ М}$.

3.13.1 Готування розчину

Розчиняють приблизно $7,5 \text{ г}$ EDTA у воді, фільтрують за потреби та доводять до об'єму 1000 см^3 . Зберігають у пластмасовій банці.

3.13.2 Установлення титру розчину

Відбирають $25,0 \text{ см}^3$ стандартного розчину цинку (3.12), що відповідає $50,0 \text{ мг}$ цинку, поміщають у посудину відповідної місткості (наприклад, 400 см^3). Розбавляють до 100 см^3 , уводять у розчин частину лакмусового паперу (3.14) і, безперервно помішуючи, додають розчин аміаку (3.9), доки лакмус не змінить забарвлення. Видаляють лакмусовий папір та промивають водою.

Додають 10 см^3 розчину оцтової кислоти (3.10) та 10 см^3 розчину ацетату амонію (3.11). Перевіряють рівень pH розчину за допомогою індикаторного паперу (3.15). Це значення має бути в діапазоні (5—5,5). За потреби доводять до номінального значення, додаючи краплями розчин оцтової кислоти (3.10). Потім додають 50 см^3 ацетону (3.2), 2 см^3 розчину дитизону (3.16) та титрують розчином EDTA (3.13), доки індикатор не змінить забарвлення з червоного на оранжево-жовтий. Це забарвлення не повинно змінюватися після додавання надлишку 2 крапель розчину EDTA.

3.13.3 Обчислення

Поправковий коефіцієнт, ураховуючи, що розчин не відповідає точно $0,02 \text{ М}$, обчислюють за формулою:

$$\frac{38,24}{V}, \quad (1)$$

де $38,24$ — об'єм розчину EDTA $0,02 \text{ М}$ (теоретичне значення : $1 \text{ см}^3 = 1,3076 \text{ мг}$ цинку), необхідний для титрування $50,0 \text{ мг}$ Zn ($50,0 : 1,3076 = 38,2379$), см^3 ,

V — об'єм розчину EDTA (3.13), який використовують для титрування $25,0 \text{ см}^3$ стандартного розчину цинку (3.12) ($2 \text{ мг} \cdot 25,0 = 50,0 \text{ мг}$), см^3 .

3.14 Лакмусовий папір.

3.15 Індикаторний папір для визначення pH у діапазоні (5—6), із проміжком $0,2$ од.

3.16 Дитизон, $0,25 \text{ г/дм}^3$ спиртовий розчин.

Розчиняють $0,025 \text{ г}$ дитизону (дифенілтіокарбазон) в етиловому спирті 95 % (за об'ємом) та доводять до об'єму 100 см^3 тим самим етиловим спиртом.

Розчин готують безпосередньо перед використанням.

4 УСТАТКОВАННЯ

4.1 Звичайне лабораторне устаткування

4.2 Скляна колонка діаметром 20 мм, заввишки приблизно 400 мм, оснащена запірним краном.

5 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

5.1 Лабораторна проба¹⁾

5.2 Випробна проба

Стружка завтовшки не більше ніж 1 мм, отримана фрезеруванням або свердлінням.

6 ВИПРОБУВАННЯ

6.1 Готування іонообмінної колонки

Спочатку видаляють з аніонообмінної смоли (3.1) будь-які найдрібніші частинки, послідовно промиваючи розчином соляної кислоти (3.7), зливаючи до отримання чистого розчину. Потім витримують смолу кілька годин (бажано вночі) у розчині соляної кислоти (3.7). Поміщають невелику кількість склавати в нижню частину колонки (4.2), вище від крана, як підтримання для смоли.

Струшуючи, переносять суспензію смоли в підготовлену колонку, намагаючись уникати утворення повітряних бульбашок або порожнеч, щоб отримати після зливання шар смоли заввишки приблизно 150 мм. Промивають колонку приблизно 100 см³ розчину соляної кислоти (3.7) зі швидкістю 7 см³/хв.

Пропускають через іонообмінну колонку з тією самою швидкістю 200 см³ розчину соляної кислоти (3.5), у який попередньо додано 0,5 см³ розчину азотної кислоти (3.8).

Протягом підготування обмінної колонки й під час випробовування смоли має бути покрито рідиною (див. розділ 8).

6.2 Випробна проба

Зважують із точністю до 0,001 г приблизно 4 г випробної проби (5.2).

6.3 Контрольне дослідження

Одночасно з випробуванням проводять контрольне дослідження, за тією самою методикою і з тією самою кількістю реактивів.

6.4 Готування випробного розчину

Поміщають випробну пробу (6.2) в хімічний стакан відповідної місткості (наприклад, 400 см³). Додають приблизно 50 см³ води. Прикривають годинниковим склом, потім обережно невеликими порціями додають 30 см³ розчину соляної кислоти (3.3).

Після завершення реакції додають 2 краплі пероксиду водню (3.4) та поступово нагрівають до кипіння. Кип'ятять до повного розкладання пероксиду водню.

Якщо вміст цинку перевищує 1 %, обережно переносять кількісно розчин у мірну колбу місткістю 250 см³. Охолоджують, доводять до необхідного об'єму та перемішують. Відбирають аліквотну частину розчину, як зазначено в таблиці 1.

Таблиця 1

Уміст цинку, %	Об'єм аліквотної частини, см ³	Відповідна маса випробної проби, г
Від 0,1 до 1,0	Увесь	4
» 1 » 3	100	1,6
» 3 » 6	50	0,8
» 6 » 8	25	0,4

¹⁾ Відбирання проб магнієвих сплавів буде розглянуто в іншому стандарті.

Уводять аліквотну частину в хімічний стакан відповідної місткості (наприклад, 250 см³). Поміщають стакан на водяну баню та випарюють до кристалізації. Дають охолонути, розчиняють у 100 см³ розчину соляної кислоти (3.5) та в 0,5 см³ розчину азотної кислоти (3.8) і нагрівають, сприяючи розчиненню.

Якщо розчин містить нерозчинний цирконій або під час випарювання в осад випаде діоксид кремнію, розчин фільтрують через фільтр тонкого очищення та ретельно промивають фільтр невеликими порціями теплої соляної кислоти (3.5).

6.5 Іонний обмін

Охолоджують випробний розчин (6.4) та пропускають через іонообмінну колонку (6.1) зі швидкістю (5—7) см³/хв. Послідовно промивають хімічний стакан й іонообмінну колонку чотирма порціями по 25 см³ розчином соляної кислоти (3.5). Потім промивають смолу 100 см³ (див. 8.3) розчином соляної кислоти (3.6) також зі швидкістю (5—7) см³/хв.

Елюють цинк, що залишився на смолі, пропускаючи 250 см³ розчину соляної кислоти (3.7) через іонообмінну колонку з тією самою швидкістю подавання. Збирають елюат у посудину відповідної місткості (наприклад, 400 см³). Концентрують елюат до отримання об'єму 100 см³.

6.6 Титрування

Поміщають лакмусовий папір (3.14) в елюат і, помішуючи, додають розчин аміаку (3.9), доки папір не змінить забарвлення.

Виймають лакмусовий папір і промивають водою. Додають 20 см³ розчину оцтової кислоти (3.10) та 10 см³ розчину ацетату амонію (3.11). Перевіряють рівень pH розчину за допомогою індикаторного паперу (3.15). Це значення має бути в діапазоні (5—5.5). За потреби доводять до номінального значення, додаючи краплями розчин оцтової кислоти (3.10). Потім додають 50 см³ ацетону (3.2), 2 см³ розчину дитизону (3.16) і титрують розчином EDTA (3.13), доки індикатор не змінить забарвлення з червоного на оранжево-жовтий. Це забарвлення не повинно змінюватися після додання 2 крапель надлишку розчину EDTA.

7 ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Уміст цинку (Zn) у відсотках за масою обчислюють за формулою:

$$\frac{(V - V_1) \cdot f \cdot 1,3076 \cdot D}{10m}, \quad (2)$$

- де V — об'єм розчину EDTA (3.13), використаний для титрування цинку, наявного у випробному розчині або взятої аліквотної частини, см³;
 V_1 — об'єм розчину EDTA (3.13), використаний для титрування цинку, наявного в аліквотній частині контрольного розчину, см³;
 f — поправковий коефіцієнт (3.13.3) розчину EDTA (3.13);
 1,3076 — маса цинку, що відповідає 1 см³ розчину EDTA точно 0,02 М, мг;
 D — співвідношення об'єму випробуваного розчину до об'єму відібраної аліквотної частини;
 m — маса випробної проби, г.

8 ЗАУВАГИ

8.1 Коли смолу в іонообмінній колонці не використовують, її має бути завжди покрито соляною кислотою (3.7).

8.2 Промивати смолу треба безпосередньо перед використанням.

8.3 У разі якщо сплави містять свинець, то кількість соляної кислоти (3.6) треба збільшити зі 100 см³ до 200 см³.

9 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробування має містити такі дані:

- a) посилання на використаний метод;
- b) результати випробування та метод їхнього вираження;
- c) будь-які відхили, що виникли в процесі випробування;
- d) будь-які операції, не передбачені цим стандартом або які вважають необов'язковими.

Код УКНД 77.120.20

Ключові слова: визначення вмісту, магнієві сплави, об'ємний аналіз, хімічний аналіз, цинк.

Редактор Л. Ящук
Технічний редактор О. Марченко
Коректор І. Недогарко
Верстальник Г. Жирякова

Підписано до друку 22.08.2014. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. 1328 Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців,
виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647