

Изменение № 3 ГОСТ 13938.9—78 Медь. Методы определения серебра

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.04.88 № 1226

Дата введения 01.01.89

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. Общие требования

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении анализов по ГОСТ 13938.1—78».

Пункт 2.2 после слов «Серебро азотнокислое» дополнить ссылкой: «по ГОСТ 1277—75».

Пункт 3.1 изложить в новой редакции:

«3.1. Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте с добавлением соляной кислоты или нитрата ртути и измерении поглощения линии серебра при введении солянокислого или азотнокислого растворов в пламя ацетилен-воздух».

Пункт 3.2. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Пропан-бутан по ГОСТ 20448—80»;

после слов «разбавленная 1:1» дополнить словами: «и раствор 0,1 моль/дм³;»
исключить слова: «марки Ср.999»;

седьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84;

дополнить абзацем: «Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520—78, раствор 25 г/дм³ в растворе азотной кислоты 0,1 моль/дм³;»;

после четырнадцатого абзаца («Раствор А») дополнить абзацем: «Такой же раствор может быть приготовлен следующим образом:

0,1 г серебра растворяют в 25 см³ раствора азотной кислоты (2:1), добавляют 5 см³ раствора нитрата ртути и нагревают до удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в темном месте»;

после шестнадцатого абзаца («Раствор Б») дополнить абзацем: «Такой же раствор может быть приготовлен следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 5 см³ раствора нитрата ртути и 10 см³ раствора азотной кислоты (1:1), разбавляют до метки бидистиллированной водой и перемешивают».

(Продолжение см. с. 84)

Пункт 3.3.1. Заменить значение: 323,1 нм на 328,1 нм.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3.1а: «3.3.1а. Навеску меди массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см³ раствора нитрата ртути. Нагревают до растворения навески. Раствор затем охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Измеряют поглощение линии серебра в пламени ацетилен-воздух при длине волны 328,1 нм, одновременно с растворами контрольного опыта и для построения градуировочного графика.

Допускается одновременное определение в анализируемом растворе цинка (от 0,0005 до 0,006 %), никеля (от 0,1 до 0,5 %), свинца (от 0,005 до 0,06 %) и железа (от 0,01 до 0,06 %).

Пункт 3.3.2. Первый абзац дополнить словами: «Допускается приготовление растворов следующим образом. В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают по 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и по 2 см³ раствора нитрата ртути. Затем в колбы приливают последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б. Разбавляют водой до метки и перемешивают».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

| Массовая доля серебра, % | Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов | |
|----------------------------|--|----------|
| | параллельных определений | анализов |
| От 0,0010 до 0,0025 включ. | 0,0003 | 0,0004 |
| Св. 0,0025 » 0,0050 » | 0,0005 | 0,0007 |

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3: «4.3. При разногласиях в оценке массовой доли серебра применяют атомно-абсорбционный метод».

(ИУС № 7 1988 г.)