

Изменение № 4 ГОСТ 13938.7—78 Медь. Методы определения свинца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.04.88 № 1225

Дата введения 01.01.89

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,0005 до 0,06 %) методы определения свинца в меди марок в соответствии с ГОСТ 859—78».

Раздел I 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 «по ГОСТ 22861—77» дополнить словами: «или свинец по ГОСТ 3778—77»;

дополнить абзацем: «Допускается применение других реактивов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в стандарте».

(Продолжение см. с. 80)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.7—78)

Раздел 3. Наименование. Заменить значение: «от 0,001 до 0,1 %» на «0,0005 до 0,06 %».

Пункт 3.1 изложить в новой редакции: «3.1. Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и измерении поглощения линии свинца при введении солянокислого или азотнокислого растворов в пламя ацетилен-воздух при длине волны 283,3 нм».

Пункт 3.2. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Пропан-бутан по ГОСТ 20448—80;

четвертый абзац дополнить словами: «и раствор 0,1 моль/дм³;

исключить слова: «марки М00к или МВЧк»;

после слов: «по ГОСТ 22861—77» дополнить словами: «или свинец по ГОСТ 3778—77»;

раствор Б. Заменить значения: 10 см³ на 50 см³, 100 см³ на 1000 см³, 0,1 мг на 0,005 мг;

дополнить абзацами:

«Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1.1.

(Продолжение см. с. 81)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.7—78)

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и раствор 1:99.

Железо по ГОСТ 9849—86; раствор азотнокислый 25 г/дм³.

Универсальная индикаторная бумага.

Пункт 3.3.1. Заменить слова: «Навеску меди массой 1,0 г помещают» на «При определении свинца свыше 0,005 % навеску меди массой 2,0 г помещают»;

заменить значение: 10 см³ на 20—25 см³;

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3.1а: «3.3.1а. При массовой доле свинца до 0,005 % навеску меди массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 25 см³ азотной кислоты. Нагревают до прекращения выделения оксидов азота. Затем приливают 250 см³ воды и 5 см³ раствора железа, нагревают до температуры 60 °С. Приливают аммиак в таком количестве, чтобы вся медь перешла в аммиачный комплекс и еще 5 см³. Нагревают раствор при температуре 60—70 °С до коагуляции осадка. Фильтруют через фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза горячим раствором аммиака (1:99). Растворяют осадок на фильтре в 10 см³ горячего раствора соляной кислоты (1:1), собирая фильтрат в стакан, где проводили осаждение. Фильтр промывают горячей водой до нейтральной реакции фильтрата (проверка по универсальной индикаторной бумаге). Раствор после охлаждения помещают в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Измеряют поглощение линии свинца, распыляя раствор в пламени ацетилен-воздух, при длине волны 283,3 нм одновременно с раствором контрольного опыта и растворами для построения градуировочного графика.

Допускается в анализируемом растворе определение содержания висмута (от 0,0003 до 0,005 %), олова (от 0,01 до 0,06 %) и сурьмы (от 0,0005 до 0,02 %).

Массу свинца определяют по градуировочному графику.

Пункт 3.3.2. Наименование дополнить словами: «при массовой доле свинца от 0,001 до 0,1 %».

(Продолжение см. с. 82)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.7—78)

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3.2а: «3.3.2а. Построение градуировочного графика при массовой доле свинца от 0,0005 до 0,001 %.

Для построения градуировочного графика в шесть стаканов вместимостью по 400 см³ помещают по 5,0 г меди и растворяют в соответствии с п. 3.3.1: приливают 200—250 см³ воды и 5 см³ азотнокислого раствора железа. В пять из шести стаканов добавляют 0; 0,5; 2,0; 5,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б и далее анализ продолжают в соответствии с п. 3.3.1а. По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям стандартных растворов строят градуировочный график».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции: «4.3. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля свинца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0006
» 0,0030 » 0,0100 »	0,0008	0,0010
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,004
» 0,030 » 0,060 »	0,004	0,006

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.4: «4.4. При разногласиях в оценке массовой доли свинца применяют полярографический метод».

(ИУС № 7 1988 г.)