

Изменение № 4 ГОСТ 13938.5—78 Медь. Методы определения цинка

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

Дата введения 01.01.89

Вводная часть. Первый абзац после слов «в меди» дополнить словами: «марок в соответствии с ГОСТ 859—78, за исключением М00к и М00б»; второй абзац исключить.

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 2.1. Заменить слова: «после отделения цинка от меди и сопутствующих элементов на сильноосновном анионите в хлор-форме» на «после предварительного отделения меди электролизом».

Пункт 2.2. Второй абзац исключить;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Калия гидроксид по ГОСТ 24363—80, раствор 200 г/дм³»;

одинадцатый — четырнадцатый абзацы исключить;

дополнить абзацами: «Медь по ГОСТ 859—78.

Установка для электролиза с платиновыми сетчатыми электродами по ГОСТ 6563—75.

Смесь кислот для растворения: смешивают 100 см³ серной кислоты и 250 см³ воды, после охлаждения добавляют 70 см³ азотной кислоты.

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

Пункты 2.3.1, 3.1 изложить в новой редакции: «2.3.1. Навеску меди массой 2,0 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, приливают 20—25 см³ смеси кислот для растворения, накрывают стакан покровным стеклом и нагревают до растворения навески, удаления основной массы оксидов азота. Стекло снимают, обмывают его водой над стаканом, в стакан приливают 100—150 см³

(Продолжение см. с. 76)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.5—78)

воды и нагревают раствор до температуры 40—50 °С. Погружают в раствор платиновые сетчатые электроды и проводят электролиз при плотности тока 2—3 А/дм² и напряжении 2—2,5 В, перемешивая раствор мешалкой. Когда в растворе останется 200—300 мг меди, что устанавливают сравнением с заранее приготовленным раствором меди, электролиз прекращают.

Вынимают катоды, промывают 2—3 раза водой, электролит нагревают и затем выпаривают до влажных солей. Приливают 20—30 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³. Добавляют 10 см³ раствора йодистого калия, разбавляют водой до метки и перемешивают. В сосуд для пропускания газа помещают часть раствора и пропускают азот в течение 10—15 мин.

Раствор переливают в электролизер и полярографируют в интервале потенциалов от минус 0,45 до минус 0,85 В. Одновременно полярографируют растворы контрольного опыта и стандартные растворы цинка.

3.1. Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и измерении атомной абсорбции цинка в пламени ацетилен-воздух.

Пункт 3.2. Второй абзац. Заменить слова: «Баллон с ацетиленом или пропаном и бутаном» на «Ацетилен по ГОСТ 5457—75. Пропан-бутан по ГОСТ 20448—80»;

пятый абзац дополнить словами: «или кислота азотная по ГОСТ 4461—77 (прокипяченная до удаления окислов азота)»;

заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Медь по ГОСТ 859—78»;

дополнить абзацем: «Цинк по ГОСТ 3640—79».

Пункт 3.3.1. Заменить слова: «в мерную колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1 до метки водой и перемешивают» на «в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты до удаления оксидов азота. Охлаждают раствор и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки»;

дополнить абзацем (после первого): «В растворе анализируемой пробы допускается определение содержания никеля (от 0,1 до 0,5 %), свинца (от 0,005 до 0,06 %), железа (от 0,01 до 0,08 %) и кобальта (от 0,005 до 0,2 %)».

(Продолжение см. с. 77)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.5—78)

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см³ стандартного раствора Б. Во все колбы прибавляют по 2 см³ раствора азотной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают»;

второй абзац исключить;

последний абзац дополнить словами: «При построении графика значения сигнала фонового раствора вычитают из значения сигнала каждого стандартного раствора и проводят график из начала координат»;

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3.3: «3.3.3. Допускается определение цинка из солянокислых растворов».

Пункты 4.2, 4.3 изложить в новой редакции: «4.2. Массовую долю цинка (X) при атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000} ,$$

где m_1 — масса цинка в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески меди, г.

(Продолжение см. с. 78)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.5—78)

4.3. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0005
» 0,0030 » 0,0060	0,0006	0,0007

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.4: «4.4. При разногласиях в оценке массовой доли цинка применяют атомно-абсорбционный метод».

Справочное приложение исключить.

(ИУС № 7 1988 г.)