

Изменение № 4 ГОСТ 13938.6—78 Медь. Методы определения никеля

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 фотометрический и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,0005 до 0,5 %) методы определения никеля в меди марок в соответствии с ГОСТ 859—78, за исключением М00к и М00б».

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».

Раздел 2. Наименование. Заменить значение: 04 на 05.

Пункт 2.1. Заменить значение: 450 нм на 445—450 нм;

дополнить словами: «Медь связывают тиосульфатом натрия в бесцветный комплекс при pH 6,2—6,8».

Пункт 2.2 после слов «раствор 500 г/дм³» дополнить словами: «и раствор 10 г/дм³ в растворе гидроксида натрия с массовой концентрацией 80 г/дм³»;

заменить слова: «5 н раствор» на «раствор 80 г/дм³» (2 раза);

двадцать седьмой, двадцать восьмой абзацы изложить в новой редакции; дополнить абзацем:

«Раствор В: 25 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,001 мг никеля.

Растворы Б и В применяют свежеприготовленными»;

исключить слова: «марки М0к, М00к, М00б»;

последний абзац дополнить словами: «Раствор устойчив в течение 8 ч»;

дополнить абзацами: «Калий-натрий виннокислый (сегнетова соль) по ГОСТ 5845—79, раствор 200 г/дм³.

(Продолжение см. с. 78)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.6—78)

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, раствор 30 г/дм³. Допускается применение других реактивов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в стандарте;

заменить ссылку: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 2.3.1. Первый абзац. После слов «разбавленную 1:3» заменить слова: «появления» на «растворения»; после слов «приливают 2 см³» дополнить словами: «спиртового»;

четвертый, пятый абзацы изложить в новой редакции: «При работе в среде аммиака реэкстракты помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³ и последовательно прибавляют 2 см³ спиртового раствора диметилглиоксима, 5 см³ раствора аммония надсернистого и 5 см³ раствора аммиака (1:1). Разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 445 нм в кюветах с оптимальной толщиной слоя. Раствором сравнения служит вода.

При работе в среде гидроксида натрия реэкстракты помещают в стакан вместимостью 100 см³ и последовательно прибавляют 1 см³ раствора лимонной кислоты, 2 см³ раствора аммония надсернистого, 10 см³ раствора гидроксида натрия и 1 см³ раствора диметилглиоксима в растворе гидроксида натрия. Раствор нагревают до 60 °С и оставляют при этой температуре на 5 мин. Затем охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют, как описано выше».

Пункты 2.3.3, 2.4.3. Заголовки. Заменить значение: 0,4 на 0,5 %.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.4.4: «2.4.4. Допускается использование электролита после выделения меди в соответствии с ГОСТ 13938.1—78.

В электролит добавляют 5 см³ раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 5—10 см³ воды и выпаривание повторяют.

К охлажденному остатку приливают 30—50 см³ воды, кипятят в течение 5—7 мин, охлаждают и если есть нерастворимый остаток, фильтруют на плотный фильтр, в конус которого вложено немного фильтробумажной массы, со-

(Продолжение см. с. 79)

бирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100, 200 или 500 см³ в зависимости от массовой доли никеля. Остаток на фильтре промывают 4—5 раз водой и фильтр отбрасывают. Фильтрат в мерной колбе разбавляют водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть, содержащую никеля не менее 0,01 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³; приливают 2,5 см³ раствора сегнетовой соли, 7,5 см³ раствора гидроксида натрия (100 г/дм³), 10 см³ раствора аммония надсернистого и 10 см³ щелочного раствора диметилглиоксима, затем разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 10—20 мин измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 2.3.1.

Массу никеля определяют по градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью по 50 см³ помещают соответственно 1, 3, 5, 8 и 10 см³ стандартного раствора Б или В и далее продолжают анализ, как описано выше. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям растворов строят график.

Раздел 3. Наименование после значения 0,4 дополнить словами: «и от 0,0005 до 0,004 %».

Пункт 3.2. Второй абзац изложить в новой редакции: «Ацетилен по ГОСТ 5457—75»;

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.4: «3.4. При определении никеля с массовой долей от 0,0005 до 0,004 % растворение навески, выделение никеля, экстракцию и реэкстракцию проводят в соответствии с п. 2.3.1.

Реэкстракты помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Измеряют поглощение линии никеля при длине волны 232 нм одновременно с растворами контрольного опыта и растворами для построения градуировочного графика.

Для построения градуировочного графика в шесть стаканов вместимостью 250 см³ помещают по 1,0 г меди стандартного образца и далее продолжают растворение, как указано в п. 2.3.1. Затем в пять или шесть стаканов помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора В и далее продолжают анализ, как указано в п. 2.3.1.

Измеряют поглощение линии никеля при длине волны 232,0 нм и по полученным данным строят градуировочный график.

(Продолжение см. с. 80)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.6—78)

Допускается определение в анализируемом растворе цинка (от 0,0005 до 0,006 %), железа (от 0,01 до 0,06 %), свинца (от 0,005 до 0,06 %) и кобальта (от 0,005 до 0,06 %);

Допускается использование электролита после выделения меди по ГОСТ 13938.1—78. Для этого часть электролита (в зависимости от массовой доли никеля) помещают в стакан (или колбу) вместимостью 100 см³ и распыляют раствор в пламени ацетилен-воздух при длинах волн 232,0; 323,0; 351,5 или 341,5 нм в зависимости от концентрации никеля в анализируемом растворе».

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 никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 до 0,0030 »	0,0004	0,0005
» 0,003 » 0,010 »	0,001	0,002
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,003
» 0,030 » 0,100 »	0,004	0,006
» 0,100 » 0,30 »	0,01	0,02
» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,06

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

Справочное приложение исключить.

(ИУС № 7 1988 г.)