

Изменение № 4 ГОСТ 13938.1—78 Медь. Методы определения меди

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

Дата введения 01.01.89

Вводная часть. Третий абзац. Заменить слово: «натрия» на «свинца, в случае разногласий при оценке массовой доли меди»;

последний абзац исключить.

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа по ГОСТ 25086—87 с дополнениями.

1.1.1. Отбор и подготовку проб меди к анализу осуществляют по ГОСТ 24231—80, ГОСТ 546—79 или ГОСТ 193—79.

1.1.2. Массовую долю меди определяют параллельно в трех навесках, примесей — в двух. Одновременно с проведением анализа выполняют два контрольных опыта для внесения в результат анализа поправки на загрязнение реактивов, вычитая значение контрольного опыта из результата определения компонента при анализе пробы.

1.1.3. За результат анализа принимают при электрогравиметрическом методе определения меди среднее арифметическое трех параллельных определений, при расчетном методе определения меди и при определении примесей в меди — среднее арифметическое двух параллельных определений.

Численные значения результатов анализа должны содержать последнюю значащую цифру в том же разряде, в котором стоит последняя значащая цифра численного значения допускаемого расхождения результатов определений.

1.1.4. Контроль правильности результатов анализа осуществляют по стандартным образцам состава меди или методом добавок.

1.2. Требования безопасности при определении меди и примесей в меди.

1.2.1. Все операции химического анализа, связанные с выделением ядовитых паров или газов, следует выполнять в боксах, оборудованных местным отсасывающим устройством.

1.2.2. Рабочие места для выполнения анализов должны быть организованы в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.032—78 и ГОСТ 12.2.033—78; лабораторные помещения — оборудованы вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021—75.

1.2.3. При выполнении анализа меди в воздух рабочей зоны могут выделяться вредные вещества, предельно допустимые концентрации (ПДК по ГОСТ 12.1.005—76) которых и класс опасности, установленный по ГОСТ 12.1.007—76, приведены в таблице.

Наименование вещества	Класс опасности	ПДК, мг/м ³
Азота окислы в пересчете на NO ₂	3	3
Аммиак	4	20
Ангидрид мышьяковистый	2	0,3
Ангидрид серный	2	1
Ацетон	4	200
Бром	2	0,5
Бензол	2	5
Водород бромистый	3	2
Иод	2	1
Кислота соляная	2	5
Кислота уксусная	3	5
Ртуть металлическая	1	0,01/0,005

(Продолжение см. с. 70)

Наименование вещества	Класс опасности	ПДК, мг/м ³
Соли синильной кислоты	2	0,3
Спирт бутиловый	3	10
Спирт этиловый	4	1000
Углерод четыреххлористый	2	20
Хлороформ	2	10

1.2.4. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны по ГОСТ 12.1.007—76 по методикам определения вредных веществ в воздухе рабочей зоны, утвержденным Минздравом СССР.

1.2.5. Обезвреживание отходов анализа осуществляется в соответствии с правилами охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами, утвержденными Минздравом СССР.

Отработанные кислоты и щелочи должны собираться отдельно в специальные сборники. Перед сливом в канализацию их необходимо нейтрализовать.

Утилизация, удаление и обезвреживание отходов цианистых соединений, мышьяковистого ангидрида, ртути должны производиться в соответствии с санитарными правилами проектирования, оборудования и содержания складов для хранения сильнодействующих ядовитых веществ, утвержденными Минздравом СССР.

1.2.6. Лабораторные помещения, в которых выполняется работа по химическому анализу исследуемого материала, по взрывной, взрыво-пожарной и пожарной опасности относятся к категории производств с легковоспламеняющимися жидкостями, и требования пожарной безопасности для них должны соответствовать ГОСТ 12.1.004—85. Средства и способы пожаротушения следует применять по ГОСТ 12.4.009—83 в зависимости от источника возникновения и характера пожара.

1.2.7. При работе с газовыми установками следует выполнять требования безопасности по ГОСТ 12.2.008—75 и правила безопасности в газовом хозяйстве, утвержденные Госгортехнадзором СССР.

Все электроустановки и электроаппаратура, применяемые в лаборатории при выполнении анализов, должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.007.0—75 и правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором СССР.

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Электроды из платины сетчатые по ГОСТ 6563—75»;

пятый абзац изложить в новой редакции:

«Ацетилен по ГОСТ 5457—75»;

девятнадцатый, двадцатый абзацы исключить;

исключить слова: «марки МВЧк, М00к или М00б»;

дополнить абзацем: «Диэтилдитиокарбамат свинца (II), раствор 0,2 г/дм³ в хлороформе: 0,2 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 100—200 см³ хлороформа и перемешивают до растворения навески. Разбавляют хлороформом до метки и снова перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла в темном месте»;

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

Пункт 3.1.1. Заменить значения: 2,0030—2,0060 г на 1,0—2,0 г;

после слов «катода и меди» дополнить словами: «Допускается раздельное взвешивание навески меди и катода, предназначенного для электролиза»;

третий абзац дополнить словами: «(из расчета 10 см³ спирта на одно определение)»;

пятый абзац. Заменить значение: 500 на 200—250; дополнить словами: «Электролит сохраняют для определения никеля»;

(Продолжение см. с. 71)

шестой абзац. Заменить слово: «натрия» на «свинца».

Пункт 3.3. Наименование. Заменить слово: «натрия» на «свинца».

Пункт 3.3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Отбирают аликвотную часть 5—10 см³ и помещают в стакан вместимостью 50 см³, приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной (1:10) и выпаривают до выделения паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, приливают 10—20 см³ воды, помещают в делительную воронку вместимостью 100 см³ и разбавляют водой до объема 50 см³. Добавляют 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца и экстрагируют в течение 2 мин. После разделения слоев экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³ (куда предварительно помещают 1 г безводного сернокислого натрия).

Экстракцию повторяют с 10 см³ экстрагента. Органический слой сливают в ту же мерную колбу, разбавляют до метки хлороформом и перемешивают;

второй абзац. Исключить слова: «Второй экстракт присоединяют к первому.

(Продолжение см. с. 72)

К содержимому в стакане прибавляют 0,5 г безводного сернокислого натрия и перемешивают. После отстаивания раствор сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³ с притертой пробкой и доливают до метки четыреххлористым углеродом».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «В шесть делительных воронок вместимостью 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б. Приливают воды до объема 50 см³ и далее анализ проводят по п. 3.3.1».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождение между наибольшим и наименьшим результатами трех параллельных определений не должно превышать 0,06 %; между результатами двух анализов — 0,14 %».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3.2: «4.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений примесей в меди не должны превышать величин допускаемых расхождений, приведенных в соответствующих стандартах при определении той или иной примеси».

Справочное приложение исключить.

(ИУС № 7 1988 г.)