

Изменение № 4 ГОСТ 13938 3—78 Медь. Метод определения фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 04 88 № 1225

Дата введения 01.01.89

Вводную часть после слова «меди» дополнить словами «марок в соответствии с ГОСТ 859—78, за исключением М00к и М00б, и», последний абзац исключить.

Раздел 1 изложить в новой редакции

«1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ»

Общие требования к методу анализа и требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 13938 1—78».

Раздел 2 Второй абзац после слов «разбавленная 2 1» дополнить значениями 1 1, 1 5,

четвертый абзац после слов «по ГОСТ 3765—78» дополнить словами «перекристаллизованный раствор 100 г/дм³. Перекристаллизацию проводят следующим образом навеску соли массой 100—120 г растворяют в 400 см³ воды при температуре 80 °С и дважды фильтруют горячий раствор через плотный фильтр «синяя лента». К раствору добавляют 250 г этилового спирта, охлаждают и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера. Полученный молибденовокислый аммоний растворяют и снова перекристаллизовывают, фильтруют на воронку Бюхнера, промывают 2—3 раза этиловым спиртом по 20—30 см³, после чего их высушивают на воздухе. Перед применением из перекристаллизованной соли готовят раствор следующим образом 100 г соли растворяют в 700—800 см³ воды и добавляют 25—30 см³ аммиака. Перемешивают до растворения навески, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³ через вату или бумажную массу, разбавляют водой до метки и перемешивают»;

седьмой абзац изложить в новой редакции «Медь по ГОСТ 859—78»; последний абзац дополнить словами «хранят в полиэтиленовой посуде»; дополнить абзацами «Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87».

(Продолжение см. с. 74)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13938.3—78)

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3а: «3.3а. Определение фосфора при массовой доле от 0,001 до 0,06 %.

Навеску меди массой 2,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 18—20 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 1:3 и нагревают до удаления окислов азота, не допуская кипения раствора. Затем добавляют 20—25 см³ воды и кипятят 3—4 мин. Охлаждают и помещают раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³.

К полученному раствору приливают при перемешивании 5 см³ раствора ванадиевокислого аммония и 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400—453 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий молибденовокислого аммония.

Массу фосфора определяют по градуировочному графику».

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 фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %, результатов	
	параллельных определений	анализов
От 0,0003 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 до 0,0030 »	0,0003	0,0004
» 0,0030 » 0,0100 »	0,0006	0,0008
» 0,010 » 0,030 »	0,001	0,003
» 0,030 » 0,060 »	0,002	0,005

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3: «4.3. Допускается определение фосфора по ГОСТ 741.8—80 и ГОСТ 13047.5—81».

Справочное приложение исключить.