

Изменение № 2 ГОСТ 741.9—80 Кобальт. Метод определения мышьяка

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции: «Метод основан на измерении светопоглощения синей формы мышьяк-молибденового комплекса при длине волны 610 нм после предварительного отделения мышьяка соосаждением с гидроксидом железа и экстракции йодидного комплекса четыреххлористым углеродом».

Раздел 2. Первый абзац дополнить словами: «любого типа»;

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

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, растворы 1:1 и 9 М; кислота соляная очищенная от мышьяка и содержащая 20 г/дм³ калия йодистого»;

десятый, одиннадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Гидразин — молибдатный раствор: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 50 см³ раствора молибденово-кислого аммония, приливают 5 см³ раствора серно-кислого аммония и доливают до метки водой.

Порошок железный по ГОСТ 9849—86»;

дополнить абзацами (после одиннадцатого): «Порошок железный по ГОСТ 9849—86.

Раствор азотно-кислого железа: 1,00 г железного порошка растворяют в 20 см³ раствора азотной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-2}$ г железа»;

заменить слова: «Титан металлический» на «Титан треххлористый по ТУ 6—09—01—756—88»;

девятнадцатый абзац исключить;

заменить слова: «Ангидрид мышьяковистый» на «Оксид мышьяка As (III)»;

абзацы после слов «Стандартные растворы мышьяка (растворы А и Б)» изложить в новой редакции: «Раствор А: 0,1320 г оксида мышьяка As (III) растворяют в 5 см³ раствора гидроксида натрия, разбавляют водой до объема 50 см³, приливают 6 см³ 0,5 М раствора серной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора А содержит $2 \cdot 10^{-4}$ г мышьяка.

Раствор Б: 25 см³ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г мышьяка».

Пункт 3.1. Заменить слова: «Навеску кобальта растворяют при нагревании в азотной кислоте, разбавленной 1:1 на «Навеску кобальта растворяют в растворе азотной кислоты при нагревании»;

второй абзац. Заменить слова: «железоаммонийных квасцов» на «раствора азотно-кислого железа»; «мышьяк и железо» на «гидроксид железа раствором аммиака или»;

третий абзац. Заменить слова: «гидроокиси» на «гидроксиды», «серно-кислого титана» на «треххлористого титана»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Раствор охлаждают, доливают до метки водой и измеряют светопоглощение раствора при длине волны 610 нм. В качестве раствора сравнения используют воду»;

седьмой абзац. Заменить слова: «оптической плотности» на «светопоглощения»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Массу мышьяка в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу мышьяка в растворе контрольного опыта».

(Продолжение см. с. 44)

Пункты 3.2, 4.2 изложить в новой редакции: «3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают 0; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00; 2,50; 3,00 см³ стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030) · 10⁻³ г мышьяка, разбавляют водой до 40 см³ и далее в соответствии с разд. 3.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам фосфора строят градуировочный график.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (*d*), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (*D*), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	<i>d</i>	<i>D</i>
От 0,0001 до 0,0003 включ.	0,00006	0,00009
Св. 0,0003 » 0,0006 »	0,0001	0,0001
» 0,0006 » 0,0012 »	0,0002	0,0002
» 0,0012 » 0,0030 »	0,0005	0,0006
» 0,003 » 0,006 »	0,001	0,001
» 0,006 » 0,010 »	0,002	0,002

(ИУС № 2 1992 г.)