

Изменение № 2 ГОСТ 741.16—80 Кобальт. Метод определения сурьмы

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 комплексного соединения пентавалентной сурьмы с кристаллическим фиолетовым при длине волны 610 нм после выделения комплекса экстракцией толуолом».

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа»;

второй, третий абзацы. Заменить слова: «разбавленная 1:1» на «раствор 1:1»;

четвертый абзац. Заменить слова: «разбавленная 1:1 и 1:3» на «раствор 1:1 и 1:3»;

заменить слова, значения и ссылку: «серной кислотой, разбавленной 1:3» на «раствором серной кислоты 1:3», «соляной кислотой, разбавленной 1:1» на «раствором соляной кислоты 1:1»; 0,1 мг на $1 \cdot 10^{-4}$ г; 0,01 мг на $1 \cdot 10^{-5}$ г; 0,001 мг на $1 \cdot 10^{-6}$ г; ГОСТ 1089—73 на ГОСТ 1089—82;

исключить ссылку: ГОСТ 36—78.

(Продолжение см. с. 56)

Раздел 3 изложить в новой редакции «3. Проведение анализа

3.1. Навеску кобальта массой 1,0000 г растворяют при нагревании в 20—25 см³ раствора азотной кислоты 1:1, выпаривают раствор до объема 5—7 см³, приливают 7—10 см³ раствора серной кислоты 1:1, нагревают до выделения паров серного ангидрида, а затем до удаления свободной серной кислоты. Охлаждают, растворяют соли в 25 см³ раствора соляной кислоты при температуре 60 °С, охлаждают, затем приливают 2 см³ раствора азотисто-кислого натрия, через 5 мин приливают 25 см³ воды, 2 см³ мочевины, взбалтывают раствор до прекращения выделения оксидов азота и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³. Долвают водой до объема 130 см³, тотчас приливают 1 см³ раствора кристаллического фиолетового и 10 см³ толуола. Экстрагируют в течение 30 с. После расслоения органический слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³. Экстракцию повторяют, органические фазы объединяют и доливают до метки толуолом.

Через 10—15 мин измеряют светопоглощение экстракта при длине волны 610 нм.

Массу сурьмы в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу сурьмы в растворе контрольного опыта.

(Продолжение см. с. 57)

3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 250 см³ отбирают 0; 1,00; 3,00; 7,00; 10,00; 20,00 см³ стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,001; 0,003; 0,005; 0,007; 0,010; 0,020) · 10⁻³ г сурьмы. В каждый стакан доливают раствор соляной кислоты 1 : 1 до объема 25 см³. Далее проводят анализ, как указано в разд. 3.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам сурьмы строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего сурьмы.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (*d*), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (*D*), не должны превышать значений, приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.16—80)

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	<i>d</i>	<i>D</i>
От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00005	0,00007
Св. 0,00020 » 0,00040 »	0,00008	0,00010
» 0,0004 » 0,0008 »	0,0001	0,0001
» 0,0008 » 0,0015 »	0,0002	0,0002
» 0,0015 » 0,0020 »	0,0004	0,0004

(ИУС № 2 1992 г.)