

## СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

## Методы определения мышьяка

Lead-antimony alloys. Methods for the determination of arsenic

ГОСТ

1293.4-83

[СТ СЭВ 3281-81]

ОКП 17 2532

Взамен  
ГОСТ 1293.4-74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1983 г. № 704 срок действия установлен

с 01.07.83

до 01.07.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка при массовой доле мышьяка от 0,001 до 0,1% и титриметрические — при массовой доле мышьяка от 0,1 до 1% в свинцово-сульфидистых сплавах.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 3281-81 в части фотометрического и титриметрического-потенциометрического методов.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 1293.0-83.

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в азотной кислоте, образовании мышьяково-молибденовой кислоты, экстрагировании ее смесью бутилового спирта и эфира, восстановлении в органической фазе двуххлористым оловом до молибденового синего и последующем измерении оптической плотности синего органического раствора при длине волны 840 или 660 нм.

## 2.2. Аппаратура и реактивы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77 и 1 и 1,5 М растворы.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Кислота азотная по ГОСТ 4461-77 и 5 М раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, 2%-ный раствор, хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765-78, 1,5%-ный раствор, хранят в полиэтиленовой посуде.

Олово двуххлористое по ГОСТ 36-78, 0,05%-ный раствор в 1 М растворе соляной кислоты, свежеприготовленный.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 6053-77.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457-74, 0,05 М раствор.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816-64, 2%-ный раствор.

Смесь для экстракции: вторичный бутиловый спирт и этиловый эфир по ГОСТ 22300-76 в соотношении 2:1.

Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973-77.

### 2.3. Подготовка к анализу

#### 2.3.1. Приготовление стандартных растворов мышьяка

Раствор А: 0,132 г мышьяковистого ангидрида растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и устанавливают pH 5-6 соляной кислотой. Доводят водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б: к 20 см<sup>3</sup> раствора А приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и одну каплю раствора метилового оранжевого, нагревают до температуры 60-70°C, добавляют по каплям раствор бромноватокислого калия до исчезновения розовой окраски индикатора. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки 1,5 М раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,004 мг мышьяка.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в семь делительных воронок вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая наливают по 10 см<sup>3</sup> 1,5 М раствора соляной кислоты. Затем в шесть из них отмеривают 1, 2, 3, 5, 6 и 7 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б. В седьмую воронку раствор Б не добавляют. Во все воронки добавляют до 20 см<sup>3</sup> 1,5 М раствора соляной кислоты, по 10 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 10 мин. Затем добавляют по 10 см<sup>3</sup> смеси для экстракции и перемешивают растворы в течение 2 мин. Экстракцию повторяют с тем же количеством смеси.

Оба экстракта собирают в отдельную делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, промывают два раза 10 см<sup>3</sup> 1 М раствора соляной кислоты. К органической фазе добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора двуххлористого олова и воронку встряхивают несколько раз. После расслаивания нижний слой отбрасывают, а верхний слой голубого цвета переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Делитель-

ную воронку промывают 2—3 раза смесью для экстракции и присоединяют промывную смесь к экстракту. Прибавляют 0,5 г сернокислого натрия, раствор доводят до метки смесью для экстракции и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 840 или 660 нм. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартизированного раствора мышьяка.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям мышьяка строят градуировочный график.

#### 2.4. Проведение анализа

В зависимости от ожидаемой массовой доли мышьяка берут массу навески сплава и растворяют ее в растворе азотной кислоты в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля мышьяка, %	Масса навески сплава, г	Объем раствора азотной кислоты для растворения, см <sup>3</sup>	Объем аликовой части раствора пробы, см <sup>3</sup>
От 0,001 до 0,003	5,0	40	10
Св. 0,003 > 0,005	2,5	25	10
> 0,005 > 0,01	2,0	20	10
> 0,01 > 0,05	1,0	20	5
> 0,05 > 0,1	1,0	15	2

Раствор нагревают до удаления окислов азота и нейтрализуют аммиаком до образования осадка гидроокисей. Добавляют по каплям азотную кислоту до растворения осадка, прибавляют 12 см<sup>3</sup> соляной кислоты, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Раствор разбавляют водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой плотный фильтр в сухой стакан.

Отбирают аликовую часть раствора (см. табл. 1) и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объем доводят до 20 см<sup>3</sup> 1,5 М раствором соляной кислоты, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 10 мин. Приливают 10 см<sup>3</sup> смеси для экстракции и далее поступают как указано в п. 2.3.2.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит раствор контрольного опыта.

Массу мышьяка находят по градуировочному графику.

#### 2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю мышьяка ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1 \cdot 10000},$$

где  $m$  — масса мышьяка в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

$V$  — объем исходного раствора сплава, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески сплава, г;

$V_1$  — объем аликовой части раствора, см<sup>3</sup>.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P^1 = 0,95$  не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,003	0,0003
Св. 0,003 > 0,01	0,0008
> 0,01 > 0,05	0,002
> 0,05 > 0,1	0,005

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ-ИОДОМЕТРИЧЕСКИЙ [ХРОМАТОМЕТРИЧЕСКИЙ] МЕТОД

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на восстановлении мышьяка фосфорноватистокислым натрием, окислении раствором йода или двухромовокислого калия и титровании избытка йода раствором серноватистокислого натрия, а двухромовокислого калия — раствором соли Мора.

#### 3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77 и разбавленная 1:1 и 1:49.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220-75, раствор 0,05 н.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223-75, раствор 0,05 н.

Йод по ГОСТ 4159-79, раствор 0,05 н.

Калий йодистый по ГОСТ 4232-74, раствор 15 г/100 см<sup>3</sup>.

Натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200-76.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84-76.

Соль залкиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208-72, раствор с массовой концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.).

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор 0,5 г/100 дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Кислота N-фенилантраниловая (o-анилиновензойная кислота; дифениламино-карбоновая кислота) индикатор, 0,1 г/100 см<sup>3</sup>.

### 3.3. Подготовка к анализу

#### 3.3.1. Приготовление 0,05 н. раствора двухромовокислого калия

Готовят из фиксанала или 2,4516 г высущенного до постоянной массы при 140°С двухромовокислого калия, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Титр 0,05 н. раствора двухромовокислого калия, выраженный в граммах мышьяка, равен 0,00075.

#### 3.3.2. Приготовление 0,05 н. раствора тиосульфата натрия

12,5 г тиосульфата натрия растворяют в воде, прибавляют 0,1 г углекислого натрия, разбавляют до 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают; готовят за 8—10 сут до употребления.

#### 3.3.3. Установка нормальности раствора тиосульфата натрия

10 см<sup>3</sup> 0,05 н. раствора двухромовокислого калия, отмеренного пипеткой или бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 35—40 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), 10 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия, закрывают колбу стеклом и оставляют в темном месте на 1—2 мин. Обмывают стекло колбы водой, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup> и титруют выделившийся йод приготовленным раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски раствора. Затем приливают 3 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Нормальность раствора тиосульфата натрия (н) вычисляют по формуле

$$n = \frac{n_1 \cdot V_1}{V},$$

где  $n_1$  — нормальность раствора двухромовокислого калия;

$V_1$  — объем раствора двухромовокислого калия, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование двухромовокислого калия, см<sup>3</sup>.

#### 3.3.4. Приготовление 0,05 н. раствора йода

Готовят из фиксанала или 6,3452 г йода и 100 г йодистого калия, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, прибавляют 3—5 см<sup>3</sup> воды и тщательно встряхивают до полного растворения йода, затем разбавляют до метки водой и перемешивают; хранят в склянке из темного стекла.

#### 3.3.5. Установка титра 0,05 н. раствора йода

10 см<sup>3</sup> раствора йода, отмеренного пипеткой или бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 60—70 см<sup>3</sup> воды и, осторожно перемешивая, титруют приготовленным ранее раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски.

раски раствора. Затем приливают 3 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Титр 0,05 н. раствора йода ( $T$ ), выраженный в граммах мышьяка, вычисляют по формуле

$$T = \frac{n \cdot 14,98 \cdot V}{10 \cdot 1000},$$

где  $n$  — нормальность раствора тиосульфата натрия;

14,98 — грамм-эквивалент мышьяка;

$V$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода, см<sup>3</sup>.

### 3.3.6. Приготовление 0,05 н. раствора соли Мора

19,6 г соли Мора растворяют в растворе серной кислоты (1:49), разбавляют этим же раствором до 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

### 3.3.7. Приготовление раствора фенилантраниловой кислоты

0,1 г углекислого натрия растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 0,1 г фенилантраниловой кислоты, перемешивают до полного растворения и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

### 3.3.8. Установка коэффициента нормальности 0,05 н. раствора соли Мора

10 см<sup>3</sup> раствора двухромовокислого калия, отмеренного пипеткой или бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50—60 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1), 4—5 капель индикатора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до изменения окраски раствора из розовой в зеленую.

Коэффициент нормальности вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{V},$$

где  $V$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 3.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 75 см<sup>3</sup> серной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения пробы. Охлаждают, приливают 150 см<sup>3</sup> воды и кипятят 5—6 мин. Раствор охлаждают, фильтруют через фильтр средней плотности или тампон из фильтробумажной массы и промывают 7—8 раз раствором серной кислоты. Осадок сульфата свинца отбрасывают.

К фильтрату прибавляют 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, около 5 г фосфорноватистокислого натрия, закрывают колбу воронкой с коротким носиком и оставляют на 15—20 мин без нагрева. Затем

нагревают и слабо кипятят 5—10 мин до полного осаждения мышьяка. Раствор охлаждают и фильтруют через фильтр, уплотненный фильтробумажной массой, или через тампон из фильтробумажной массы. Осадок промывают холодной водой 8—10 раз.

Осадок мышьяка вместе с фильтром помещают в колбу с притертоей пробкой вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> 0,05 н. раствора йода. Тщательно перемешивают и оставляют на 20 мин для растворения мышьяка, затем избыток йода титруют 0,05 н. раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски. Добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора, после чего добавляют еще 1 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия в избыток. Избыток тиосульфата натрия оттитровывают раствором йода до первого появления синей окраски.

В случае окисления мышьяка раствором двухромовокислого калия осадок вместе с фильтром помещают в колбу, в которой проводилось осаждение мышьяка, приливают 5 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1), 10 см<sup>3</sup> воды и растворяют в избытке 0,05 н. раствора двухромовокислого калия, отмеренного бюреткой. Содержимое колбы слегка встряхивают до полного растворения мышьяка (исчезновение темных частиц). Прибавляют 4—5 капель индикатора фенилантраниловой кислоты и оттитровывают избыток двухромовокислого калия 0,05 н. раствором соли Мора до изменения окраски раствора из розовой в зеленую. Для более отчетливого перехода окраски под конец титрования прибавляют 2—3 капли индикатора.

### 3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю мышьяка ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем раствора йода (двухромовокислого калия), израсходованный на растворение мышьяка, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора тиосульфата натрия (соли Мора), израсходованный на титрование избытка йода (двухромовокислого калия), см<sup>3</sup>;

$K$  — поправочный коэффициент концентрации раствора тиосульфата натрия (соли Мора);

$T$  — титр 0,05 н. раствора йода (двухромовокислого калия), выраженный в граммах мышьяка;

$m$  — масса навески сплава, г.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P^1 = 0,95$  не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля мышьяка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,1 до 0,3	0,015
Св. 0,3 > 1,0	0,03

#### 4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ-ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

##### 4.1. Сущность метода

Метод основан на титровании мышьяка бромноватокислым калием потенциометрически или визуально с индикатором метиловым оранжевым после отделения мышьяка от мешающих примесей отгонкой в виде трихлорида в присутствии гидразина и бромистого калия.

##### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

pH-метр-милливольтметр типов pH-340, pH-341, pH-121 или других типов.

Мешалка электромагнитная типов ММ-3, ММ-01 или других типов.

Электрод измерительный — платиновый.

Электрод вспомогательный — насыщенный каломельный, хлорсеребряный или меркурсульфатный любой марки. Измерительный и вспомогательный электроды подключают к pH-метру согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

Установка для отгонки треххлористого мышьяка (см. чертеж).

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 2:1 и 1:9. Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Бром по ГОСТ 4109—79, насыщенный водный раствор (бромная вода).

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74 или гидразин солянокислый по ГОСТ 22159—76.

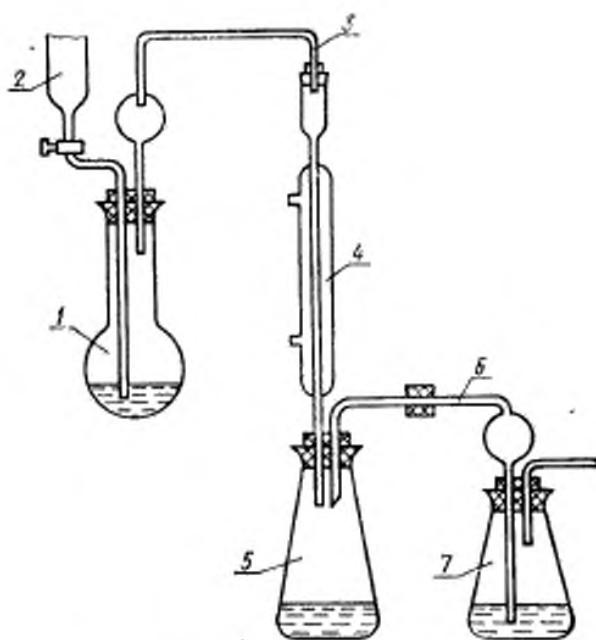
Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74, раствор 0,02 н.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—64, раствор 0,1 г/100 см<sup>3</sup>.

##### 4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Приготовление 0,02 н. раствора бромноватокислого калия:

0,5567 г соли помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в 150—200 см<sup>3</sup> воды, разбавляют до метки водой и перемешивают.



1—перегонная колба вместимостью 500 см<sup>3</sup>; 2—кальянная воронка; 3—насадка с брызгоуловителем; 4—водяной холодильник; 5—приемник (коническая колба вместимостью 250 см<sup>3</sup>); 6—стеклянная трубка с грушевидным расширением; 7—контрольный приемник (коническая колба вместимостью 250 см<sup>3</sup>)

#### 4.3.2. Приготовление бромной воды:

Бром по каплям при непрерывном помешивании прибавляют к воде до появления нерастворившейся капли на дне склянки.

#### 4.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> серной кислоты, закрывают стеклом и нагревают до полного растворения навески. Охлаждают, осторожно по стенке колбы приливают 100 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> бромной воды и кипятят до удаления избытка брома. Раствор слегка охлаждают и переносят в перегонную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, пользуясь при этом соляной кислотой (1:9). К раствору, объем которого равен 140—150 см<sup>3</sup>, прибавляют 1—2 г гидразина, 1 г бромистого калия и присоединяют колбу к устройству для перегонки. В приемник и контрольный приемник предварительно наливают 50—60 см<sup>3</sup> воды. Через воронку в перегонную колбу наливают 200 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Раствор в перегонной

колбе нагревают до кипения и проводят дистилляцию трихлорида мышьяка до тех пор, пока не перегонится половина жидкости. Затем через воронку в дистилляционную колбу приливают еще 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты и продолжают перегонку, пока не отгонится еще 100 см<sup>3</sup> жидкости. После окончания перегонки дистиллят и раствор из контрольной колбы количественно переносят в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, нагревают до 60—70°C, опускают электроды и титруют мышьяк раствором бромноватокислого калия до скачка потенциала.

При визуальном титровании дистиллят и раствор из контрольной колбы количественно переносят в колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, нагревают до 70—80°C, прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и титруют мышьяк 0,02 н. раствором бромноватокислого калия до исчезновения розовой окраски. К концу титрование ведут медленно, энергично перемешивая раствор.

#### 4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю мышьяка ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем раствора бромноватокислого калия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$T$  — титр 0,02 н. раствора бромноватокислого калия, выраженный в граммах мышьяка, равный 0,0007492;

$m$  — масса навески сплава, г.

4.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P^t = 0,95$  не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Заменить под: ОКП 17 2582 на ОКСТУ 1709.

Пункты 2.1, 2.3.2 после слов «или 660 нм» дополнить словами: на «спектрофотометре или в области длии волны 630—660 нм на фотоэлектроколориметре».

Пункт 2.2. Девятый абзац. Заменить обозначение: «0,05 М раствор» на « $c(\frac{1}{6} \text{KBrO}_3) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ »;

девятый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 10816—64;  
одиннадцатый абзац после слова «эфир» дополнить словами: «сукачной кислоты».

Пункт 3.2. Третий абзац. Заменить обозначение: 0,05 н. на « $c(\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ »;

четвертый абзац. Заменить обозначение и ссылку: 0,05 н. на « $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ »; СТ СЭВ 223—75 на ГОСТ 27068—86;

пятый абзац. Заменить обозначение: 0,05 н. на « $c(\frac{1}{2} \text{J}_2) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ »;

девятый абзац. Исключить обозначение: (0,05 н.);

девятый абзац. Заменить единицу:  $\text{дм}^3$  на  $\text{см}^3$ ;

одиннадцатый абзац. Заменить слово: «дифениламинно-карбоновая кислота» на «дифениламинно- $\alpha$ -карбоновая кислота».

Пункты 3.3.1 (наименование, второй абзац), 3.3.3 (первый абзац). Заменить слова: «0,05 н. раствора двухромовокислого калия» на «раствора двухромово-кислого калия 0,05 моль/дм<sup>3</sup>».

(Продолжение см. с. 65)

Пункт 3.3.3. Нанменование. Заменить слово: «нормальности» на «молярной концентрации».

Пункты 3.3.3, 3.3.5. Второй абзац. Заменить слово: «нормальность» на «молярная концентрация».

Пункты 3.3.4 (наименование), 3.3.5 (наименование и второй абзац). Заменить слова: «0,05 н. раствора йода» на «раствора йода 0,05 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункты 3.3.6, 3.3.8 (наименования). Заменить слова: «0,05 н. раствора соли Мора» на «раствора соли Мора 0,05 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункты 3.4, 3.5. По всему тексту исключить обозначение: 0,05 н.

Пункт 4.2. Первый абзац. Исключить тип: pH-340;

одиннадцатый абзац. Заменить обозначение: 0,02 н. на « $c \left( \frac{1}{6} \text{KBrO}_3 \right) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$ »;

двенадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10816—64».

Пункт 4.3.1. Заменить слова: «0,02 н. раствора бромноватокислого калия» на «раствора бромноватокислого калия 0,02 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункты 4.4 (второй абзац), 4.5.1 (первый абзац). Исключить обозначение: 0,02 н.

(ИУС № 2 1988 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 1293.4—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения мышьяка

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2928

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстан-дартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

(Продолжение см. с. 36)

*(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.4—83)*

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: (СТ СЭВ 3281—81).

Вводная часть. Второй абзац исключить.

Пункт 2.2. Пятый абзац. Заменить слова: «2%-ный раствор» на «раствор 20 г/дм<sup>3</sup>»;

шестой абзац. Заменить слова: «1,5%-ный раствор» на «раствор 15 г/дм<sup>3</sup>»;

седьмой абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 36—78, 0,05%-ный раствор» на «раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>»;

десятый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 10816—64, 2%-ный раствор» на «раствор 20 г/дм<sup>3</sup>».

Пункт 2.3.1. Заменить значение: 0,132 г на 0,1320 г.

Пункт 2.4. Таблица 1. Графа «Масса навески сплава, г». Заменить значения: 5,0 на 5,0000; 2,5 на 2,5000; 2,0 на 2,0000; 1,0 на 1,0000 (2 раза);

второй абзац. Заменить слова: «окислов азота» на «оксидов азота», «гидроокисей» на «гидроксидов».

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции:

«2.5.2. Расхождение результатов параллельных определений  $d$  (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа  $D$  (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны

*(Продолжение см. с. 37)*

превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Предельное значение погрешности результатов анализа $\Delta$ , %	Расхождение результатов параллельных определений $d$ , %	Расхождение результатов анализа $D$ , %
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0002	0,0003	0,0003
Св. 0,0020 > 0,0050 *	0,0004	0,0005	0,0005
* 0,0050 > 0,010 *	0,0009	0,0012	0,0012
* 0,010 > 0,020 *	0,002	0,002	0,002
* 0,020 > 0,050 *	0,002	0,003	0,003
* 0,050 > 0,10 *	0,004	0,005	0,005

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ) не превышает предельных значений  $\Delta$ , приведенных в табл. 2, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

Пункт 3.2. Шестой абзац. Заменить значение: 15 г/100 см<sup>3</sup> на 150 г/дм<sup>3</sup>; десятый абзац. Заменить значение: 0,5 г/100 дм<sup>3</sup> на 5 г/дм<sup>3</sup>; одиннадцатый абзац. Заменить значение: 0,1 г/100 см<sup>3</sup> на 1 г/дм<sup>3</sup>; дополнить абзацем:

«Сурьма по ГОСТ 1089—82 не ниже марки Су00».

Пункт 3.3.5. Наименование. Заменить слова: «Установка титра» на «Установка массовой концентрации»;

второй абзац. Заменить слово: «Титр» на «Массовую концентрацию»; формула. Экспликация. Заменить слова: «грамм-эквивалент мышьяка» на «молярный эквивалент мышьяка».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить значение: 1 г на 1,0000 г.

Пункт 3.5.1. Формула. Экспликация. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация».

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции:

«3.5.2. Расхождение результатов параллельных определений  $d$  (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа  $D$  (разность большего и меньшего ре-

зультатов анализа) при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля мышьяка, %	Предельное значение погрешности результатов анализа $\Delta$ , %	Расхождение результатов параллельных определений $d$ , %	Расхождение результатов анализа $D$ , %
От 0,10 до 0,20 включ.	0,02	0,02	0,02
Св. 0,20 * 0,50 *	0,02	0,03	0,03
* 0,50 * 1,00 *	0,04	0,05	0,05

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ) не превышает предельных значений  $\Delta$ , приведенных в табл. 3, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные.

Пункт 4.2. Последний абзац. Заменить значение: 0,1 г/100 см<sup>3</sup> на 1 г/дм<sup>3</sup>; исключить ссылку: ГОСТ 10816—64.

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3.1а (после п. 4.3.1):

«4.3.1а. Установка массовой концентрации раствора бромноватокислого калия. \*

Массовую концентрацию раствора бромноватокислого калия устанавливают по сурьме и пересчитывают на массовую концентрацию по мышьяку.

Навеску сурьмы массой 0,0200 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты и нагревают до растворения. Охлаждают, разбавляют водой и переводят в колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют водой до 200 см<sup>3</sup> и кипятят 10—15 мин. Охлаждают до 60 °С, прибавляют 2—3 капли метилового оранжевого и титруют раствором бромноватокислого калия с (1/4 KBrO<sub>3</sub>) = 0,02 моль/дм<sup>3</sup> до исчезновения красного окрашивания.

Массовую концентрацию раствора бромноватокислого калия ( $T$ ) по мышьяку в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$T = \frac{C}{V} \cdot 0,6156,$$

где  $C$  — масса навески сурьмы, г;

$V$  — объем раствора бромноватокислого калия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,6156 — коэффициент пересчета, равный отношению атомной массы мышьяка к атомной массе сурьмы».

Пункт 4.4. Первый абзац. Заменить значение: 2 г на 2,0000 г.

Пункт 4.5.2 изложить в новой редакции:

«4.5.2. Расхождение результатов параллельных определений  $d$  (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и

(Продолжение см. с. 40)

---

расхождение результатов анализа  $D$  (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ) не превышает предельных значений  $\Delta$ , приведенных в табл. 3, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)

---

**Изменение № 2 ГОСТ 1293.4—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения мышьяка**

**Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)**

**Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2928**

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

*(Продолжение см. с. 36)*

*(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.4—83)*

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 3281—81)**.

Вводная часть. Второй абзац исключить.

Пункт 2.2. Пятый абзац. Заменить слова: «2%-ный раствор» на «раствор 20 г/дм<sup>3</sup>»;

шестой абзац. Заменить слова: «1,5%-ный раствор» на «раствор 15 г/дм<sup>3</sup>»;

седьмой абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 36—78, 0,05%-ный раствор» на «раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>»;

десятый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 10816—64, 2%-ный раствор» на «раствор 20 г/дм<sup>3</sup>».

Пункт 2.3.1. Заменить значение: 0,132 г на 0,1320 г.

Пункт 2.4. Таблица 1. Графа «Масса навески сплава, г». Заменить значения: 5,0 на 5,0000; 2,5 на 2,5000; 2,0 на 2,0000; 1,0 на 1,0000 (2 раза);

второй абзац. Заменить слова: «окислов азота» на «оксидов азота», «гидроокисей» на «гидроксидов».

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции:

«2.5.2. Расхождение результатов параллельных определений  $d$  (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа  $D$  (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны

*(Продолжение см. с. 37)*

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.4—83)

превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля мышьяка, %	Предельное значение погрешности результатов анализа $\Delta$ , %	Расхождение результатов параллельных определений $d$ , %	Расхождение результатов анализа $D$ , %
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0002	0,0003	0,0003
Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0004	0,0005	0,0005
» 0,0050 » 0,010 »	0,0009	0,0012	0,0012
» 0,010 » 0,020 »	0,002	0,002	0,002
» 0,020 » 0,050 »	0,002	0,003	0,003
» 0,050 » 0,10 »	0,004	0,005	0,005

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ) не превышает предельных значений  $\Delta$ , приведенных в табл. 2, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

Пункт 3.2. Шестой абзац. Заменить значение: 15 г/100 см<sup>3</sup> на 150 г/дм<sup>3</sup>; десятый абзац. Заменить значение: 0,5 г/100 дм<sup>3</sup> на 5 г/дм<sup>3</sup>;

одиннадцатый абзац. Заменить значение: 0,1 г/100 см<sup>3</sup> на 1 г/дм<sup>3</sup>;

дополнить абзацем:

«Сурьма по ГОСТ 1089—82 не ниже марки Су00».

Пункт 3.3.5. Наименование. Заменить слова: «Установка титра» на «Установка массовой концентрации»;

второй абзац. Заменить слово: «Титр» на «Массовую концентрацию»;

формула. Экспликация. Заменить слова: «грамм-эквивалент мышьяка» на «молярный эквивалент мышьяка».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить значение: 1 г на 1,0000 г.

Пункт 3.5.1. Формула. Экспликация. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация».

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции:

«3.5.2. Расхождение результатов параллельных определений  $d$  (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа  $D$  (разность большего и меньшего ре-

(Продолжение см. с. 38)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.4—83)

зультатов анализа) при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля мышьяка, %	Предельное значение погрешности результатов анализа $\Delta$ , %	Расхождение результатов параллельных определений $d$ , %	Расхождение результатов анализа $D$ , %
От 0,10 до 0,20 включ.	0,02	0,02	0,02
Св. 0,20 » 0,50 »	0,02	0,03	0,03
» 0,50 » 1,00 »	0,04	0,05	0,05

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ) не превышает предельных значений  $\Delta$ , приведенных в табл. 3, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

Пункт 4.2. Последний абзац. Заменить значение: 0,1 г/100 см<sup>3</sup> на 1 г/дм<sup>3</sup>; исключить ссылку: ГОСТ 10816—64.

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3.1а (после п. 4.3.1):

«4.3.1а. Установка массовой концентрации раствора бромноватокислого калия.

Массовую концентрацию раствора бромноватокислого калия устанавливают по сурьме и пересчитывают на массовую концентрацию по мышьяку.

Навеску сурьмы массой 0,0200 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты и нагревают до растворения. Охлаждают, разбавляют водой и переводят в колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют водой до 200 см<sup>3</sup> и кипятят 10—15 мин. Охлаждают до 60 °С, прибавляют 2—3 капли метилового оранжевого и титруют раствором бромноватокислого калия с (1/6 KBrO<sub>3</sub>) = 0,02 моль/дм<sup>3</sup> до исчезновения красного окрашивания.

Массовую концентрацию раствора бромноватокислого калия ( $T$ ) по мышьяку в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

(Продолжение см. с. 39)

*(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.4—83)*

$$T = \frac{C}{V} \cdot 0,6156,$$

где  $C$  — масса навески сурьмы, г;

$V$  — объем раствора бромноватокислого калия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,6156 — коэффициент пересчета, равный отношению атомной массы мышьяка к атомной массе сурьмы».

Пункт 4.4. Первый абзац. Заменить значение: 2 г на 2,0000 г.

Пункт 4.5.2 изложить в новой редакции:

«4.5.2. Расхождение результатов параллельных определений  $d$  (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и

*(Продолжение см. с. 40)*

*(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.4—83)*

расхождение результатов анализа  $D$  (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности  $P = 0.95$  не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности  $P = 0.95$ ) не превышает предельных значений  $\Delta$ , приведенных в табл. 3, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)