

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Сущность метода  
Метод основан на измерении светопоглощения восстановленной кремнемо-  
либденовой гетерополиксидной кислоты при длине волны 656 нм после предварительного отделения экстракцией *n*-бутиловым спиртом».

Пункт 2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Фотоколориметр или спектрофотометр любого типа»;

дополнить абзацем (после первого): «рН-метр»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Кислота азотная по ГОСТ 11125—84 или по ГОСТ 4461—77, перегнанная, растворы (1 : 1 и 1 : 2»;

третий абзац. Заменить слово: «разбавленная» на «раствор»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или ГОСТ 3118—77, раствор 1 : 1»;

девятый абзац исключить»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332—76»;

одиннадцатый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 36—78»;

пятнадцатый абзац. Исключить слово: «перегранный»»;

шестнадцатый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 5850—72»;

дополнить абзацем (после шестнадцатого): «Диоксид кремния по ГОСТ 9428—73, прокаленный при 1000 °С»;

заменить слова: «Раствор А: 0,5 г кремнекислого натрия растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> раствора углекислого натрия в платиновой чашке. Раствор охлаждают, переводят в полиэтиленовый сосуд, разбавляют водой до 500 см<sup>3</sup> и перемешивают».

1 см<sup>3</sup> раствора содержит около 0,1 мг кремния. Титр раствора А устанавливают весовым методом» на «Раствор А: 0,1072 г прокаленного диоксида кремния сплавляют в платиновом тигле, накрытом крышкой, с 1 г калия-натрия углекислого. Тигель и крышку помещают в стакан, плав выщелачивают водой, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой».

1 см<sup>3</sup> раствора содержит около  $1 \cdot 10^{-4}$  г кремния.

Массовую долю кремния устанавливают весовым методом».

Раствор Б. Заменить значения: 200 см<sup>3</sup> на 250 см<sup>3</sup>; 0,01 мг на  $1 \cdot 10^{-5}$  г.

Раствор В. Заменить значение: 0,005 мг на  $5 \cdot 10^{-6}$  г.

Пункт 2.3. Второй абзац изложить в новой редакции: «рН раствора устанавливают по рН-метру, либо капельной пробой с раствором кристаллического фиолетового. При рН 1,5 окраска капли смешанного раствора имеет синий цвет»;

четвертый абзац. Заменить слова: «Затем раствор перемешивают и измеряют оптическую плотность экстракта на фотоколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 656 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм» на «Затем раствор перемешивают и измеряют светопоглощение раствора при длине волны 656 нм».

В качестве раствора сравнения используют *n*-бутиловый спирт.

Массу кремния в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу кремния в растворе контрольного опыта»;

пятый, шестой абзацы исключить».

Пункты 2.3.1, 2.4.2, 3.1 изложить в новой редакции: «2.3.1. Построение градуировочных графиков

При массовой доле кремния от 0,0001 до 0,0015 % в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 см<sup>3</sup> стандартного

(Продолжение см. с. 46)

раствора В, что соответствует (0; 0,0025; 0,0050; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025) · 10<sup>-3</sup> г кремния.

При массовой доле кремния от 0,0015 до 0,01 % в мерные колбы той же вместимости отбирают 0; 1,00; 2,00; 4,00; 8,00; 20,00 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,080; 0,20) · 10<sup>-3</sup> г кремния.

Затем в мерные колбы приливают *n*-бутиловый спирт и далее в соответствии с п. 2.3.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам кремния строят градуировочные графики с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего кремния.

2.4.2. 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 кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	<i>d</i>	<i>D</i>
От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00006	0,00009
Св. 0,0002 » 0,0004 »	0,0001	0,0002
» 0,0004 » 0,0008 »	0,0002	0,0003
» 0,0008 » 0,0015 »	0,0003	0,0004
» 0,0015 » 0,0030 »	0,0005	0,0006
» 0,003 » 0,008 »	0,001	0,002
» 0,008 » 0,020 »	0,002	0,003
» 0,020 » 0,050 »	0,006	0,007
» 0,050 » 0,100 »	0,012	0,014
» 0,10 » 0,20 »	0,02	0,02
» 0,20 » 0,50 »	0,03	0,03
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,05

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении светопоглощения кремнемолибденовой гетерополикислоты при длине волны 413 нм после предварительного отделения экстракцией *n*-бутиловым спиртом».

Пункт 3.3. Первый абзац. Заменить слова: «Оптическую плотность экстракта измеряют на фотоэлектрокалориметре с синим светофильтром (область пропускания 413 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм» на «Измеряют светопоглощения раствора при длине волны 413 нм»;

второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «В качестве раствора сравнения используют *n*-бутиловый спирт. Массу кремния в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу кремния в растворе контрольного опыта».

Пункты 3.3.1, 3.4.2, 4.1 изложить в новой редакции: «3.3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают 0; 1,00; 2,00; 4,00; 5,00; 8,00; 10,00 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,050; 0,080; 0,10) · 10<sup>-3</sup> г кремния, приливают *n*-бутиловый спирт и далее в соответствии с п. 3.3.

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

(Продолжение см. с. 47)

*(Продолжение изменения к ГОСТ 741.10—80)*

3.4.2. 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.

4.1. Метод основан на измерении светопоглощения водного раствора восстановленной кремнемолибденовой гетерополикислоты при длине волны 610 нм.

Пункт 4.2. Исключить слова: «рН-метр со всеми принадлежностями».

Пункт 4.3. Третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Измеряют светопоглощение раствора при длине волны 610 нм.

В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

Массу кремния находят по градуировочному графику с поправкой на массу кремния в растворе контрольного опыта».

*(Продолжение см. с. 48)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.10—80)

Пункты 4.3.1, 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 0; 1,00; 2,00; 3,00; 5,00; 8,00; 10,00 см<sup>3</sup> стандартного раствора Г, что соответствует (0; 0,010; 0,020; 0,030; 0,050; 0,080; 0,10) · 10<sup>-3</sup> г кремния, приливают 0,2 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 1 : 1, доливают воду до 15 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и далее в соответствии с п. 4.3.

4.4.2. 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»

(ИУС № 2 1992 г.)