

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрический методы определения марганца при массовой доле 0,0003 до 0,5 %».

Пункт 2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр атомно-абсорбционный с коррекцией фона»;

дополнить абзацем (после первого): «Источник излучения для марганца»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, растворы 3:2 и 1:1»;

дополнить абзацами (после пятого): «Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор 1:4.

Бром по ГОСТ 4109—79. Раствор брома («вода бромная») 50 г/дм<sup>3</sup>»;

шестой—девятый абзацы изложить в новой редакции: «Порошок железный по ГОСТ 9849—86.

Раствор азотно-кислого железа: 1,00 г порошка железного растворяют в растворе азотной кислоты 3:2, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 5·10<sup>-3</sup> г железа.

Кобальт марки КО по ГОСТ 123—78, раствор азотно-кислого кобальта: навеску кобальта массой 10,00 г растворяют в 70 см<sup>3</sup> азотной кислоты и упаривают до объема 10 см<sup>3</sup>, охлаждают, приливают 150 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора азотно-кислого железа, 10 см<sup>3</sup> «бромной воды» и нагревают до кипения. К охлажденному раствору приливают аммиак до начала выпадения осадка гидроксида железа, а затем 35—40 см<sup>3</sup> избытка. Раствор с осадком кипятят в течение 5 мин, после чего оставляют в теплом месте на 15—20 мин.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,1 г кобальта»;

двенадцатый абзац изложить в новой редакции: «Марганец металлический марки Мр0 или Мр00 по ГОСТ 6008—90»;

дополнить абзацем (после двенадцатого): «Калий марганцево-кислый по ГОСТ 20490—75»;

заменить значения: 0,5 мг на 5·10<sup>-4</sup> г; 0,05 мг на 5·10<sup>-5</sup> г;

дополнить абзацем: «Стандартный раствор А можно также приготовить из калия марганцево-кислого, предварительно перекристаллизованного и высушенного при температуре 95—100 °С».

Пункт 2.3. Первый абзац. Заменить слово: «разбавленная» на «раствор»;

третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Распыляют последовательно в пламя анализируемые растворы, градуировочные растворы, растворы контрольного опыта и измеряют значения атомной абсорбции марганца при длине волны 279,4 нм.

Концентрацию марганца в анализируемых растворах находят по градуировочному графику с поправкой на концентрацию марганца в растворе контрольного опыта».

Пункты 2.4, 2.5 изложить в новой редакции: «2.4. Построение градуировочного графика (при массовой доле марганца от 0,0003 до 0,005 %)

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0; 0,30; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; 10,00 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,15; 0,25; 0,50; 1,00; 2,50; 5,00)·10<sup>-6</sup> г/см<sup>3</sup> марганца, приливают 50 см<sup>3</sup> раствора азотно-кислого кобальта и доливают до метки водой.

Полученные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух в соответствии с п. 2.3.

(Продолжение см. с. 40)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7417—80)

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям строят градуировочный график с поправкой на значение атомной абсорбции растворов, не содержащих марганца.

2.5. Построение градуировочного графика (при массовой доле марганца свыше 0,005 до 0,5 %)

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 0; 0,30; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; 10,00 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,15; 0,25; 0,50; 1,00; 2,50; 5,00)·10<sup>-6</sup> г/см<sup>3</sup> марганца, доливают до метки водой и измеряют атомную абсорбцию марганца в соответствии с п. 2.3».

Пункты 2.6.1, 2.6.2, 3.1 изложить в новой редакции: «2.6.1. Массовую долю марганца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация марганца в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>,

V — объем фотометрируемого раствора, см<sup>3</sup>,

m — масса навески кобальта, г

2.6.2. 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 марганца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,0003 до 0,0006 включ.	0,0002	0,0002
Св. 0,0006 » 0,0012 »	0,0004	0,0004
» 0,0012 » 0,0030 »	0,0006	0,0007
» 0,003 » 0,005 »	0,0011	0,001
» 0,005 » 0,010 »	0,0015	0,002
» 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,040 »	0,006	0,006
» 0,040 » 0,060 »	0,010	0,010
» 0,060 » 0,120 »	0,014	0,014
» 0,12 » 0,25 »	0,02	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,04	0,04

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении светопоглощения марганцевой кислоты при длине волны 510—535 нм после предварительного отделения марганца соосаждением с гидроксидом железа».

Пункт 3.2. Первый абзац дополнить словами: «любого типа»;

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

четвертый абзац. Заменить слова «фосфорная орто» на «ортофосфорная», седьмой, восьмой абзацы изложить в новой редакции: «Бром по ГОСТ 4109—79, раствор брома («бромная вода») 50 г/дм<sup>3</sup>»;

десятый, одиннадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Порошок железный по ГОСТ 9849—86, раствор азотнокислого железа: 1,00 г порошка железного растворяют в растворе азотной кислоты 3:2, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 5·10<sup>-3</sup> г железа»;

(Продолжение см. с. 41)

*(Продолжение изменения к ГОСТ 7417—80)*

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, раствор 1:10»;

заменить значения: 0,2 мг на  $2 \cdot 10^{-4}$  г; 0,01 мг на  $1 \cdot 10^{-5}$  г.

Пункт 3.3. Заменить слово: «гидроокси» на «гидроксиды».

Пункты 3.4, 3.5.2 изложить в новой редакции: «3.4. Построение гра-  
дунровочного графика

В стаканы вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 0, 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00;  
5,00; 6,00; 7,00 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,005; 0,010;  
0,020; 0,030; 0,040; 0,050; 0,060; 0,070)  $\cdot 10^{-3}$  г марганца, приливают 5 см<sup>3</sup> раст-

*(Продолжение см. с. 42)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 7417—80)

вора азотно-кислого железа, 5 см<sup>3</sup> смеси кислот, разбавляют водой до 20 см<sup>3</sup>, нагревают до кипения, прибавляют 0,4 г периодата калия, затем кипятят 1 мин и выдерживают на водяной бане 10 мин. Далее в соответствии с п. 3.3.

Измеряют светопоглощение растворов при длине волны 510—536 нм.

В качестве раствора сравнения используют градуировочный раствор, не содержащий марганца.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода ( $d$ ), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода ( $D$ ), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2».

(ИУС № 2 1992 г.)