**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-сурьмянистых 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 двухлористым 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.



ВНИИКИ

gost.e-ecolog.ru

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 двухлористое 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 см³ раствора гидроокиси натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и устанавливают pH 5—6 соляной кислотой. Доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б: к 20 см³ раствора А приливают 5 см³ соляной кислоты и одну каплю раствора метилового оранжевого, нагревают до температуры 60—70°С, добавляют по каплям раствор бромноватокислого калия до исчезновения розовой окраски индикатора. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки 1,5 М раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,004 мг мышьяка.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в семь делительных воронок вместимостью 100 см³ каждая наливают по 10 см³ 1,5 М раствора соляной кислоты. Затем в шесть из них отмеривают 1, 2, 3, 5, 6 и 7 см³ стандартного раствора Б. В седьмую воронку раствор Б не добавляют. Во все воронки добавляют до 20 см³ 1,5 М раствора соляной кислоты, по 10 см³ раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 10 мин. Затем добавляют по 10 см³ 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 см³, промывают два раза 10 см³ 1 М раствора соляной кислоты. К органической фазе добавляют 10 см³ раствора двухлористого олова и воронку встряхивают несколько раз. После расслаивания нижний слой отбрасывают, а верхний слой голубого цвета переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³. 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 стандартного 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, $см^3$ | Объем аликвотной части раствора пробы, $см^3$ |
|---|---|---|---|
| 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 $см^3$ соляной кислоты, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Раствор разбавляют водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой плотный фильтр в сухой стакан.

Отбирают аликвотную часть раствора (см. табл. 1) и переносят в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$. Объем доводят до 20 $см^3$ 1,5 М раствором соляной кислоты, прибавляют 10 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 10 мин. Приливают 10 $см^3$ 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, см³;

$m_1$ — масса навески сплава, г;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, см³.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ 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-ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ (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 см³.

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

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор с массовой концентрацией 0,05 моль/дм³ (0,05 н).

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор 0,5 г/100 дм³, свежеприготовленный.

Кислота *N*-фенилантраниловая (*о*-анилинобензойная кислота; дифениламино-карбоновая кислота) индикатор, 0,1 г/100 см³.

3.3. Подготовка к анализу

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

Готовят из фиксанала или 2,4516 г высушенного до постоянной массы при 140°С двухромовокислого калия, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, 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 см³ и перемешивают; готовят за 8—10 сут до употребления.

3.3.3. *Установка нормальности раствора тиосульфата натрия*

10 см³ 0,05 н. раствора двухромовокислого калия, отмеренного пипеткой или бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 35—40 см³ воды, 15 см³ соляной кислоты (1 : 1), 10 см³ раствора йодистого калия, закрывают колбу стеклом и оставляют в темном месте на 1—2 мин. Обмывают стенки колбы водой, разбавляют водой до 100 см³ и титруют выделившийся йод приготовленным раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски раствора. Затем приливают 3 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Нормальность раствора тиосульфата натрия (н) вычисляют по формуле

$$\text{н} = \frac{\text{н}_1 \cdot V_1}{V},$$

где $\text{н}_1$ — нормальность раствора двухромовокислого калия;

$V_1$ — объем раствора двухромовокислого калия, взятый для титрования, см³;

$V$ — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование двухромовокислого калия, см³.

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 см³, прибавляют 3—5 см³ 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 см³ раствора йода, отмеренного пипеткой или бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 60—70 см³ воды и, осторожно перемешивая, титруют приготовленным ранее раствором тиосульфата натрия до светло-желтой ок-

раски раствора. Затем приливают 3 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

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

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

где н — нормальность раствора тиосульфата натрия;

14,98 — грамм-эквивалент мышьяка;

$V$ — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода, см³.

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 см³ и перемешивают.

3.3.7. *Приготовление раствора фенилантраниловой кислоты*

0,1 г углекислого натрия растворяют в 30 см³ воды, прибавляют 0,1 г фенилантраниловой кислоты, перемешивают до полного растворения и разбавляют водой до 100 см³.

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

10 см³ раствора двухромовокислого калия, отмеренного пипеткой или бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50—60 см³ воды, 5 см³ 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, см³.

3.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 75 см³ серной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения пробы. Охлаждают, приливают 150 см³ 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 см³ 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 притертой пробкой вместимостью 500 см³, приливают 20 см³ 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 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора, после чего добавляют еще 1 см³ 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 см³ серной кислоты (1 : 1), 10 см³ 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, см³;

$V_1$ — объем раствора тиосульфата натрия (соли Мора), израсходованный на титрование избытка йода (двухромовокислого калия), см³;

$K$ — 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 $P = 0{,}95$ 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.

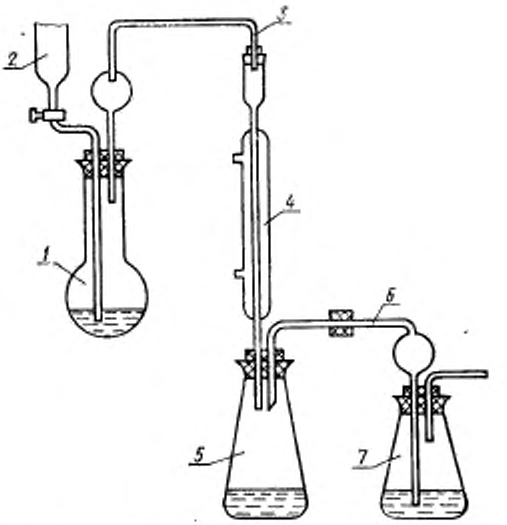
Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74, раствор 0,02 н.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—64, раствор 0,1 г/100 см³.

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 см³, растворяют в 150—200 см³ воды, разбавляют до метки водой и перемешивают.




*1*—перегонная колба вместимостью 500 см³; *2*—капельная воронка; *3*—насадка с брызгоуловителем; *4*—водяной холодильник; *5*—приемник (коническая колба вместимостью 250 см³); *6*—стеклянная трубка с грушевидным расширением; *7*—контрольный приемник (коническая колба вместимостью 250 см³)

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 см³, приливают 30 см³ серной кислоты, закрывают стеклом и нагревают до полного растворения навески. Охлаждают, осторожно по стенке колбы приливают 100 см³ воды, 5 см³ бромной воды и кипятят до удаления избытка брома. Раствор слегка охлаждают и переносят в перегонную колбу вместимостью 500 см³, пользуясь при этом соляной кислотой (1 : 9). К раствору, объем которого равен 140—150 см³, 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 см³ воды. Через воронку в перегонную колбу наливают 200 см³ 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 см³ соляной кислоты и продолжают перегонку, пока не отгонится еще 100 см³ жидкости. После окончания перегонки дистиллят и раствор из контрольной колбы количественно переносят в стакан вместимостью 600 см³, нагревают до 60—70°С, 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 см³, нагревают до 70—80°С, 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, см³;

$T$ — 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 $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

**Изменение № 1 ГОСТ 1293.4—68 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения мышьяка**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.11.87 № 4265**

**Дата введения 01.07.88**

Заменить код: ОКП 17 2532 на ОКСТУ 1709.

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

Пункт 2.2. Девятый абзац. Заменить обозначение: «0,05 М раствор» на «$c\left(\frac{1}{6}KBrO_3\right)=0{,}05$ моль/дм³»;

десятый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 10816—64;

одиннадцатый абзац после слова «эфир» дополнить словами: «уксусной кислоты».

Пункт 3.2. Третий абзац. Заменить обозначение: 0,05 н. на «$c\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right)=0{,}05$ моль/дм³»;

четвертый абзац. Заменить обозначение и ссылку: 0,05 н. на «$c\ (Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)=0{,}05$ моль/дм³»; СТ СЭВ 223—75 на ГОСТ 27068—86;

пятый абзац. Заменить обозначение: 0,05 н. на «$c\left(\frac{1}{2}J_2\right)=0{,}05$ моль/дм³».

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

десятый абзац. Заменить единицу: дм³ на см³;

одиннадцатый абзац. Заменить слово: «дефениламино-карбоновая кислота» на «дифениламино-о-карбоновая кислота».

Пункты 3.3.1 (наименование, второй абзац), 3.3.3 (первый абзац). Заменить слова: «0,05 н. раствора двухромовокислого калия» на «раствора двухромовокислого калия 0,05 моль/дм³».

(*Продолжение см. с. 65*)

Пункт 3.3.3. Наименование. 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/дм³».

Пункты 3.3.6, 3.3.8 (наименования). Заменить слова: «0,05 н. раствора соли Мора» на «раствора соли Мора 0,05 моль/дм³».

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 «$c\left(\frac{1}{6}KBrO_3\right) =$ = 0,02 моль/дм³»;

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/дм³».

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 «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/дм³»;

шестой абзац. Заменить слова: «1,5%-ный раствор» на «раствор 15 г/дм³»;

седьмой абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 36—78, 0,05%-ный раствор» на «раствор 0,5 г/дм³»;

десятый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 10816—64, 2%-ный раствор» на «раствор 20 г/дм³».

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 Δ, % | 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 Δ, 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 см³ на 150 г/дм³;

десятый абзац. Заменить значение: 0,5 г/100 дм³ на 5 г/дм³;

одиннадцатый абзац. Заменить значение: 0,1 г/100 см³ на 1 г/дм³;

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)*

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 Δ, % | 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 Δ, 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 см³ на 1 г/дм³; 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 см³, прибавляют 20 см³ серной кислоты и нагревают до растворения. Охлаждают, разбавляют водой и переводят в колбу вместимостью 500 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до 200 см³ и кипятят 10—15 мин. Охлаждают до 60 °С, прибавляют 2—3 капли метилового оранжевого и титруют раствором бромноватокислого калия $c$ ($^1/_6$ $KBrO_3$) = 0,02 моль/дм³ до исчезновения красного окрашивания.

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

*(Продолжение см. с. 39)*

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

где $C$ — масса навески сурьмы, г;

$V$ — объем раствора бромноватокислого калия, израсходованный на титрование, $см^3$;

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)*

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/дм³»;

шестой абзац. Заменить слова: «1,5%-ный раствор» на «раствор 15 г/дм³»;

седьмой абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 36—78, 0,05%-ный раствор» на «раствор 0,5 г/дм³»;

десятый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 10816—64, 2%-ный раствор» на «раствор 20 г/дм³».

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$^3$ на 150 г/дм$^3$;

десятый абзац. Заменить значение: 0,5 г/100 дм$^3$ на 5 г/дм$^3$;

одиннадцатый абзац. Заменить значение: 0,1 г/100 см$^3$ на 1 г/дм$^3$;

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)*

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 Δ, % | 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 Δ, 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 см³ на 1 г/дм³; 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 см³, прибавляют 20 см³ серной кислоты и нагревают до растворения. Охлаждают, разбавляют водой и переводят в колбу вместимостью 500 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до 200 см³ и кипятят 10—15 мин. Охлаждают до 60 °С, прибавляют 2—3 капли метилового оранжевого и титруют раствором бромноватокислого калия $c$ ($^1/_6$ $KBrO_3$) = 0,02 моль/дм³ до исчезновения красного окрашивания.

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

*(Продолжение см. с. 39)*

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

где $C$ — масса навески сурьмы, г;

$V$ — объем раствора бромноватокислого калия, израсходованный на титрование, $см^3$;

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.)

gost.e-ecolog.ru