УДК 669.25 : 546. 28. 06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Метод определения кремния

COBALT
Method for the determination of silicon

ГОСТ 741.10—80

Взамен
ГОСТ 741.10—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения кремния от 0,0001 до 1,0%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРЕМНИЯ
(при массовой доле кремния от 0,0001 до 0,01%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на фотометрическом определении кремния по синей окраске восстановленной кремнемолибденовой гетерополикислоты после экстракции кремния *н*-бутиловым спиртом.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78, разбавленная 1 : 1 и 1 : 2.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 9.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 50%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный, плотностью 0,91 г/см^3, разбавленный 1 : 1.

gost.e-ecolog.ru

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный: 70 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 мл воды при слабом нагревании (70—80 °С). Раствор фильтруют два раза через один и тот же фильтр «синяя лента». Фильтрат переводят в стакан, охлаждают и прибавляют 250 мл этилового спирта. После отслаивания в течение 1 ч кристаллы отфильтровывают на воронку Бюхнера. Полученный молибденовокислый аммоний снова растворяют в воде и повторяют перекристаллизацию. Затем кристаллы промывают несколько раз смесью воды со спиртом на воздухе. Из данной соли перед применением готовят 5%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Натрий кремнекислый по ГОСТ 4239—77.

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76, 5%-ный раствор.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, 2%-ный и 10%-ный растворы: 10 г двухлористого олова растворяют в 12 мл нагретой до кипения соляной кислоты и доливают водой до 100 мл. Вся навеска должна полностью раствориться и раствор должен быть прозрачным. Если есть остаток, то лучше раствор двухлористого олова приготовить из металлического олова. 2%-ный раствор готовят из 10%-ного путем разбавления соляной кислотой 1 : 1 в пять раз. Раствор готовят перед применением.

Промывной раствор I (для работы по желтому комплексу): к 50 мл воды приливают 12 мл концентрированной азотной кислоты и 3 мл 5%-ного раствора молибденовокислого аммония.

Промывной раствор II (для работы по синему комплексу): к 50 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 9, прибавляют 3 мл 5%-ного раствора молибденовокислого аммония.

Кристаллический фиолетовый 0,1%-ный раствор.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006—78, перегнанный.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1%-ный раствор в этиловом спирте.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А: 0,5 г кремнекислого натрия растворяют при нагревании в 20 мл 5%-ного раствора углекислого натрия в платиновой чашке. Раствор охлаждают, переводят в полиэтиленовый сосуд, разбавляют водой до 500 мл и перемешивают.

1 мл раствора содержит около 0,1 мг кремния. Титр раствора А устанавливают весовым методом.

Раствор Б: часть раствора А, содержащую 1 мг кремния, помещают в делительную воронку вместимостью 200 мл, прибавляют 50 мл воды, 2—3 капли фенолфталеина и по каплям азотную кислоту, разбавленную 1 : 2, до исчезновения розовой окраски, а затем и избыток ее 1 мл. К раствору приливают 6 мл 5%-ного рас-

твора молибденовокислого аммония, разбавляют водой до 100 мл, перемешивают и оставляют на 10 мин. После этого прибавляют 5 мл *н*-бутилового спирта, 10 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 2, и перемешивают. Затем прибавляют 25 мл *н*-бутилового спирта и осторожно перемешивают, переворачивая воронку 30 раз. При этом кремнемолибденовый комплекс извлекается в *н*-бутиловый спирт, окрашивая его в желтый цвет со слабым зеленоватым оттенком. После расслоения жидкостей водный слой сливают в другую делительную воронку. Экстракцию повторяют, приливая каждый раз по 10 мл *н*-бутилового спирта до тех пор, пока последняя спиртовая вытяжка будет не окрашена. Все экстракты *н*-бутилового спирта объединяют и промывают раствором I, затем раствор сливают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки *н*-бутиловым спиртом и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит около 0,01 мг. Раствор Б устойчив в течение одного месяца.

Раствор В: 50 мл раствора Б переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают до метки *н*-бутиловым спиртом. Содержание кремния в 1 мл раствора В составляет около 0,005 мг.

Кислоты, аммиак и растворы необходимо хранить в полиэтиленовой посуде.

2.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой (см. табл. 1) помещают в кварцевый стакан вместимостью 250 мл. Разложение навески проводят при нагревании на водяной бане в азотной кислоте, предварительно нагретой до 60—70 °С и разбавленной 1 : 1, которую берут из расчета 10 мл на 1 г металла. По окончании разложения навески, продувая воздухом в течение 10—15 мин, из раствора удаляют окислы азота, прибавляют воду до 75 мл и нейтрализуют аммиаком до pH 1,5 при постоянном перемешивании.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески кобальта, г
От 0,0001 до 0,0005	3
Св. 0,0005 до 0,01	1

pH раствора устанавливают капельной пробой с раствором кристаллического фиолетового. При значении pH меньше 1,5 капля анализируемого раствора, смешанная с каплей индикатора, окрашивается в зеленый цвет, при pH, равном 1,5, окраска смешанной капли имеет синий цвет. Если аммиак введен в избытке, то смешанная капля имеет фиолетовый цвет и pH раствора будет более 2,5. В таких случаях нужно прибавить азотной кислоты, разбавленной 1 : 2, до получения смешанной капли зеленого цвета, а затем осторожно повторить нейтрализацию аммиаком.

Раствор, имеющий pH 1,5, переводят в делительную воронку вместимостью 200—250 мл, тщательно обмывают стакан водой и доводят объем раствора до 100 мл. Затем добавляют 6 мл молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 10 мин, после чего вводят 2 мл лимонной кислоты и энергично перемешивают раствор. К полученному раствору приливают 5 мл *н*-бутилового спирта для насыщения раствора, 20 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 2, все энергично перемешивают, добавляют 15 мл *н*-бутилового спирта и осторожно, во избежание образования эмульсии, перемешивают раствор, переворачивая воронку 30 раз. После расслоения жидкостей (водный слой должен быть совершенно прозрачным) нижний водный слой сливают во вторую делительную воронку вместимостью 200—250 мл, а органический слой переводят в воронку вместимостью 120—150 мл. В первую воронку приливают 10 мл *н*-бутилового спирта, осторожно ополаскивают стенки воронки спиртом и переводят *н*-бутиловый спирт во вторую делительную воронку, где находится водный слой.

Воронку осторожно переворачивают 25—30 раз. После расслоения жидкостей водный слой переводят в первую воронку, а органический слой присоединяют к первой порции органического экстракта. Экстракцию повторяют еще раз с 10 мл *н*-бутилового спирта. Из объединенных органических экстрактов по возможности полнее удаляют капли воды, а затем промывают 50 мл промывного раствора II, переворачивая осторожно воронку 20—25 раз. После расслоения жидкостей водный слой отбрасывают, а органический переводят в мерную колбу вместимостью 50 мл, добавляют *н*-бутиловый спирт, 2—3 капли двухлористого олова и доливают до метки *н*-бутиловым спиртом. Затем раствор перемешивают и измеряют оптическую плотность экстракта на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 656 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит *н*-бутиловый спирт. Через все стадии анализа ведут контрольный опыт на загрязнение реактивов кремнием.

Из найденного значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. Содержание кремния находят по градуировочному графику. При массовой доле кремния св. 0,0015 до 0,01% определение заканчивают по градуировочному графику, описанному в п. 3.3.1.

2.3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 мл микробюреткой отбирают 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 мл стандартного раствора В, добавляют *н*-бутиловый спирт и далее поступают, как указано в п. 2.3.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса кремния, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески кобальта, г.

2.4.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Допускаемые расхождения, отн. %
От 0,0001 до 0,0005	20
Св. 0,0005 до 0,01	10

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРЕМНИЯ
(при массовой доле от 0,01 до 0,05%)

3.1. Сущность метода

Метод основан на фотоколориметрическом определении кремния по желтой окраске кремнемолибденовой гетерополикислоты после экстракции кремния *н*-бутиловым спиртом.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура, реактивы и растворы те же, что указаны в п. 2.2.

3.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой 1 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 100—150 мл. Разложение проводят при нагревании на водяной бане в 10 мл предварительно нагретой до 60—70 °С азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. После разложения навески, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Затем пипеткой отбирают 10 мл раствора, переводят в стакан вместимостью 150—250 мл, прибавляют 75 мл воды, устанавливают pH, равный 1,5, и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3, за исключением применения двухлористого олова и используя промывной раствор I. Оптическую плотность экстракта измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область пропускания 413 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит *н*-бутиловый спирт. Содержание кремния находят по градуировочному графику.

Через все стадии анализа ведут контрольный опыт на загрязнение реактивов кремнием, который учитывают при вычислении результатов.

3.3.1. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 50 мл отбирают 1; 2; 4; 5; 8; 10 мл стандартного раствора Б. Раствор доливают до метки *н*-бутиловым спиртом. Далее поступают, как указано в п. 3.3.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где m_1 — масса кремния, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески кобальта, г;

V_1 — общий объем раствора, мл;

V — объем аликвотной части анализируемого раствора, мл.

3.4.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 10 отн. %.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРЕМНИЯ
(при массовой доле от 0,05 до 1,0%)

4.1. Сущность метода

Метод основан на использовании синей окраски восстановленной кремнемолибденовой гетерополикислоты в водном растворе.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура, реактивы и растворы те же, что указаны в п. 2.2, со следующими дополнениями:

pH-метр со всеми принадлежностями.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, 3%-ный раствор: 3 г соли растворяют в 100 мл воды, подкисленной 2 мл концентрированной серной кислоты.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, 4%-ный раствор: 20 г соли растворяют в 250 мл воды, подкисленной 1 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, фильтруют, добавляют 50 мл концентрированной серной кислоты и доливают водой до 500 мл.

Стандартные растворы кремния.

Раствор Г: 10 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают. Титр раствора вычисляют на основании данных весового анализа. Содержание кремния в 1 мл раствора Г должно быть около 0,01 мг.

Раствор готовят перед применением.

4.3. Проведение анализа

Навеску кобальта, объем мерной колбы и аликвотную часть раствора берут в соответствии с табл. 3. Весь анализ следует проводить по возможности быстрее.

Таблица 3

Массовая доля кремния, %	Масса навески, г	Объем мерной колбы, мл	Аликвотная часть, мл
От 0,05 до 0,1	0,5	100	10
Св. 0,1 „ 0,5	0,5	250	10
„ 0,5 „ 1,0	0,5	500	5

Разложение проводят, как указано в п. 3.2. После удаления окислов азота навеску снимают с водяной бани, переводят раствор в мерную колбу, доливают водой до метки и перемешивают. После этого берут две аликвотные части: одну переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, вторую — в стакан вместимостью 50 мл. К аликвотной части раствора, находящегося в стакане, добавляют воду до 15 мл и на pH-метре устанавливают pH, равным 1,5, вводят аммиак каплями (капли считают). К аликвотной части, находящейся в колбе, добавляют воду до 15 мл и при перемешивании столько капель аммиака, сколько потребовалось на получение pH, равного 1,5. Затем прибавляют 5 мл молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 5 мин, после чего прибавляют 5 мл 0,5 н. серной кислоты, 10 мл 3%-ного раствора щавелевокислого аммония и немедленно (из бюретки) 5 мл 4%-ного раствора соли Мора, доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 610 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

При измерении оптической плотности раствором сравнения служит вода. Через весь ход анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов кремнием. Для получения небольшого значения контрольного опыта следует пользоваться кварцевой посудой и проводить анализ за один рабочий день. Из найденного значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности раствора контрольного опыта. Содержание кремния находят по градуировочному графику.

4.3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 мл микробюреткой отбирают: 1; 2; 3; 5; 8; 10 мл стандартного раствора Г. В каждую колбу вводят 0,2 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, доли-

вают водой до объема 15 мл, добавляют 5 мл молибденовокислого аммония и далее проводят анализ, как указано в п. 4.3.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где m_1 — масса кремния, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески кобальта, г;

V_1 — общий объем раствора, мл;

V — объем аликвотной части анализируемого раствора, мл.

4.4.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля кремния, %	Допускаемые расхождения, отн. %
От 0,05 до 0,1	10
Св. 0,1 „ 0,5	5
„ 0,5 „ 1,0	3

Изменение № 1 ГОСТ 741.10—80 Кобальт. Метод определения кремния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 54 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на $см^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Пункт 2.2. Третий абзац дополнить словами: «и 0,25 М раствор»;

заменить слова и ссылку: «50 %-ный раствор» на «раствор 500 $г/дм^3$»; «5 %-ный раствор» на «раствор 50 $г/дм^3$»; «2 %-ный и 10 %-ный растворы» на «растворы 20 и 100 $г/дм^3$»; «2 %-ный раствор готовят из 10 %-ного» на

(Продолжение см. с. 80)

«раствор 20 г/дм³ готовят из раствора 100 г/дм³»; «0,1 %-ный раствор» на «раствор 1 г/дм³»; «1 %-ный раствор» на «раствор 10 г/дм³»; ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—72;

исключить слово: «5 %-ного» (4 раза).

Пункт 2 3. Первый абзац. Заменить слова: «продувая воздухом в течение 10—15 мин» на «при нагревании»;

таблица 1. Графа «Массы навески кобальта, г» Заменить значение: 1 на 0,5—1;

последний абзац. Исключить слова: «При массовой доле кремния св. 0,0015 до 0,01 % определение заканчивают по градуировочному графику, описанному в п. 3.3.1».

(Продолжение см. с. 81)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.10—80)

Пункты 2.3.1, 2.4.2 (табл. 2 исключить) изложить в новой редакции: «2.3.1. *Построение градуировочного графика*

При массовой доле кремния от 0,0001 до 0,0015 % в мерные колбы вместимостью по 50 $см^3$ отбирают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ стандартного раствора В.

При массовой доле кремния от 0,0015 до 0,01 % в мерные колбы той же вместимости отбирают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 10,0 $см^3$ стандартного раствора Б.

Затем в мерные колбы добавляют н-бутиловый спирт и далее поступают, как указано в п. 2.3.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 4».

Пункт 3.3. Первый абзац после слов «После разложения навески» дополнить словами: «при нагревании удаляют окислы азота»;

последний абзац дополнить словами: «Из найденного значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности раствора контрольного опыта».

Пункт 3.3.1 после слова «отбирают» дополнить значением: 0.

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 4».

Пункт 4.2. Заменить слова: «3 %-ный раствор» на «раствор 30 $г/дм^3$»; «4 %-ный раствор» на «раствор 40 $г/дм^3$».

Пункт 4.3. Первый абзац. Заменить слова: «по возможности быстрее» на «не более 8 ч»;

второй абзац. Заменить слова: 0,5 н. на 0,25 М; исключить слова: «3 %-ного», «4 %-ного».

(Продолжение см. с. 82)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.10—80)

Пункт 4.3.1. Исключить слово: «микробюреткой»; после слова «отбирают» дополнить значение: 0.

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0001 до 0,0002 включ.	0,00006
Св. 0,0002 » 0,0004 »	0,00012
» 0,0004 » 0,0008 »	0,0002
» 0,0008 » 0,0015 »	0,00025
» 0,0015 » 0,003 »	0,0005
» 0,003 » 0,008 »	0,0012
» 0,008 » 0,02 »	0,0025
» 0,02 » 0,05 »	0,006
» 0,05 » 0,1 »	0,012
» 0,1 » 0,2 »	0,02
» 0,2 » 0,5 »	0,03
» 0,5 » 1,0 »	0,05

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.10—80 Кобальт. Метод определения кремния

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении светопоглощения восстановленной кремнемолибденовой гетерополикислоты при длине волны 656 нм после предварительного отделения экстракцией *н*-бутиловым спиртом».

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

дополнить абзацем (после первого): «pH-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: «перегнанный»;

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 см³ раствора углекислого натрия в платиновой чашке. Раствор охлаждают, переводят в полиэтиленовый сосуд, разбавляют водой до 500 см³ и перемешивают.

1 см³ 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 см³, доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит около $1 \cdot 10^{-4}$ г кремния.

Массовую долю кремния устанавливают весовым методом».

Раствор Б. Заменить значения: 200 см³ на 250 см³; 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: «pH раствора устанавливают по pH-метру, либо капельной пробой с раствором кристаллического фиолетового. При pH 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 *н*-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 см³ отбирают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 см³ стандартного

(Продолжение см. с. 46)

раствора В, что соответствует (0; 0,0025; 0,0050; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025) · 10^{-3} 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 см³ стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,080; 0,20) · 10^{-3} г кремния.

Затем в мерные колбы приливают *н*-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, %	
	d	D
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 *н*-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 *н*-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 см³ отбирают 0; 1,00; 2,00; 4,00; 5,00; 8,00; 10,00 см³ стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,050; 0,080; 0,10) · 10^{-3} кремния, приливают *н*-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)

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: «pH-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 см³ отбирают 0; 1,00; 2,00; 3,00; 5,00; 8,00; 10,00 см³ стандартного раствора Г, что соответствует (0; 0,010; 0,020; 0,030; 0,050; 0,080; 0,10) · 10^{-3} г кремния, приливают 0,2 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1, доливают воду до 15 см³, 5 см³ 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.)

gost.e-ecolog.ru