

ИЗМЕНЕНИЕ N 2 ГОСТ 741.4-80 "КОБАЛЬТ. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ"

Дата введения
1 мая 1992 года

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.1991 N 1800.

Вводную часть изложить в новой редакции: "Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрический методы определения меди при массовой доле от 0,0005 до 0,15%".

Пункт 2.2. Первый абзац изложить в новой редакции; дополнить абзацем (после первого): "Спектрофотометр атомно-абсорбционный с коррекцией фона.

Источник излучения для меди";

четвертый - шестой абзацы изложить в новой редакции: "Кислота азотная по ГОСТ 11125-84 или по ГОСТ 4461-77, растворы 1:1 и 1:10.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, раствор 1:10.

Диэтилдитиокарбамат свинца, раствор 0,1 г/дм³ в хлороформе: 0,1 г соли растворяют в 200 см³ хлороформа и разбавляют хлороформом до 1000 см³";

дополнить абзацем (после пятого): "Хлороформ по ГОСТ 20015-88";

седьмой абзац. Заменить слово: "перекись" на "пероксид";

дополнить абзацем (после седьмого): "Универсальная индикаторная бумага";

восьмой, девятый абзацы изложить в новой редакции: "Кобальт марки КО по ГОСТ 123-78; раствор азотно-кислого кобальта, очищенный от меди: навеску кобальта массой 10,00 г растворяют в 70 см³ раствора азотной кислоты 1:1, выпаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 50 см³ воды и нагревают до растворения солей. Полученный раствор переводят в делительную воронку вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до 500 см³ и устанавливают рН 3 - 4 по универсальной индикаторной бумаге, добавляя раствор аммиака 1:1 или раствор азотной кислоты 1:10. Затем приливают 25 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца в хлороформе и экстрагируют 2 мин. Слой хлороформа, окрашенный в желтый цвет, сливают, экстракцию повторяют еще дважды, приливая по 10 см³ диэтилдитиокарбамата свинца. Вторую экстракцию проводят в течение 1 мин, третью - 0,5 мин. Органические экстракты отбрасывают, а водный слой сливают в фарфоровую чашку и выпаривают до 10 - 15 см³. Затем приливают 20 - 25 см³ азотной кислоты и 5 - 10 см³ пероксида водорода. Обработку раствора пероксидом повторяют трижды и выпаривают до влажных солей. После этого раствор охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, снова охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой";

дополнить абзацем (после девятого): "1 см³ раствора содержит 0,1 г кобальта";

десятый абзац изложить в новой редакции: "Медь марки МО по ГОСТ 859-78";

раствор А. Заменить слова: "разбавленной" на "раствора", "окислов" на "оксидов";

заменить значения: 0,5 мг на $5 \cdot 10^{-1}$ г; 0,05 мг на $5 \cdot 10^{-2}$ г.

Пункт 2.3. Предпоследний, последний абзацы изложить в новой редакции: "Полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой. При массовой доле от 0,05 до 0,15% берут аликвотную часть 10 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

Распыляют последовательно в пламя анализируемые растворы, градуировочные растворы, растворы контрольного опыта и измеряют значения атомной абсорбции меди при длине волны 324,7 нм.

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

Пункты 2.4, 2.5, 2.6.1, 2.6.2, 3.1 изложить в новой редакции: "2.4. В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0; 0,50; 1,00;

2,00; 5,00; 10,00 см3 стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,25; 0,50; 1,00; 2,50; 5,00) · 10⁻⁴ г/см3 меди, приливают 50 см3 раствора азотно-кислого кобальта и доливают до метки водой. Полученные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух в соответствии с п. 2.3.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям строят градуировочный график с поправкой на значение атомной абсорбции градуировочного раствора, не содержащего медь.

2.5. В мерные колбы вместимостью 100 см3 помещают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; 10,00 см3 стандартного раствора Б, что соответствует (0, 0,25; 0,50; 1,00; 2,50; 5,00) · 10⁻⁴ г/см3 меди, доливают до метки водой и измеряют атомную абсорбцию меди, как указано выше.

2.6.1. Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C - концентрация меди в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см3;

V - объем фотометрируемого раствора, см3;

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

-----Т-----	
Массовая доля меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
+-----Т-----	
d	D
-----+-----+-----	
От 0,0005 до 0,0008 включ.	0,0002 0,0003
Св. 0,0008 " 0,0020 "	0,0004 0,0004
" 0,0020 " 0,0040 "	0,0007 0,0008
" 0,0040 " 0,0080 "	0,0012 0,0015
" 0,008 " 0,020 "	0,002 0,002
" 0,020 " 0,040 "	0,003 0,003
" 0,040 " 0,100 "	0,005 0,005
" 0,10 " 0,15 "	0,01 0,01

3.1. Метод основан на измерении светопоглощения комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом свинца после предварительного отделения его экстракцией".

Пункт 3.2. Первый абзац после слова "спектрофотометр" дополнить словами: "любого типа";

второй, третий абзацы изложить в новой редакции: "Кислота азотная по ГОСТ 11125-84 или по ГОСТ 4461-77, растворы 3:2, 1:1, 1:10.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, раствор 1:9";

шестой абзац. Исключить слово: "перегнанный";

седьмой абзац. Заменить слова: "в небольшом количестве" на "в 200 см3";

восьмой абзац дополнить словами "марки МО";

девятый абзац исключить;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: "окислов" на "оксидов"; исключить слово: "количественно";

заменить значения: 0,2 мг на $2 \cdot 10^{-1}$ г; 0,005 мг на $5 \cdot 10^{-3}$ г.

Пункт 3.3. По всему тексту пункта заменить слова: "разбавленная" и "разбавленный" на "раствор";

первый абзац изложить в новой редакции: "Навеску кобальта (см. табл. 2а) растворяют в 15 - 30 см³ раствора азотной кислоты 1:1, выпаривают до объема 2 - 3 см³, приливают воду и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

Таблица 2а

-----Т-----Т-----Т-----	-----Т-----Т-----Т-----	-----Т-----Т-----Т-----	-----Т-----Т-----Т-----
Массовая доля, %	Масса	Объем	Аликвотная
	навески, г	мерной	часть,
		колбы, см ³	
		см ³	
-----+-----+-----+-----	-----+-----+-----+-----	-----+-----+-----+-----	-----+-----+-----+-----
До 0,001 включ.	2,0000	100	Весь раствор
Св. 0,001 " 0,01 "	0,5000	100	50
" 0,01 " 0,2 "	0,2000	100	25
" 0,05 " 0,15 "	0,2000	100	5

Второй абзац. Исключить слова: "При анализе кобальта"; после слов "в фарфоровую чашку" дополнить словами: "или в стакан (коническую колбу) вместимостью 100 см³";

третий абзац. Заменить слова: "При анализе кобальта с массовой долей свыше 0,001 до 0,05% берут аликвотную часть 50 см³, при анализе кобальта с массовой долей свыше 0,05 до 0,15% - 10 см³" на "При массовой доле меди свыше 0,001% аликвотную часть раствора (см. табл. 2а)";

предпоследний, последний абзацы изложить в новой редакции: "Измеряют светопоглощение экстракта при длине волны 413 нм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу меди в анализируемом растворе находят по градуировочному графику".

Пункты 3.4, 3.5.2 изложить в новой редакции: "3.4. В делительные воронки вместимостью 100 см³ отбирают 0; 0,50; 1,00; 3,00; 5,00; 7,00 см³ стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,0025; 0,0050; 0,015; 0,025; 0,035) $\cdot 10^{-3}$ г меди, приливают воду до объема 50 см³ и далее проводят анализ в соответствии с п. 3.3.

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".