

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

АММОНИЙ ФТОРИСТЫЙ КИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 9546—75

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.39'161-41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

АММОНИЙ ФТОРИСТЫЙ КИСЛЫЙ

Технические условия

Reagents. Ammonium fluoride (acid). Specifications

ГОСТ 9546—75*

Взамен ГОСТ 9546—60

ОКП 26 2116 0910—03

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 7 октября 1975 г. № 2582 срок введения установлен с 01.01 1977 г. до 01.07 1986 г.

Проверен в 1980 г. Срок действия продлен

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на кислый фтористый аммоний, который представляет собой бесцветные кристаллы, легко растворимые в воде; разъедает стекло.

Формула $NH_4F \cdot HF$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 57,04.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Кислый фтористый аммоний должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По физико-химическим показателям кислый фтористый аммоний должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2116 0912 01	Чистый (ч.) ОКП 26 2116 0911 02
1. Кислый фтористый аммоний ($NH_4F \cdot HF$), %, не менее	99	98
2. Остаток после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,01	0,05
3. Сульфаты (SO_4), %, не более	0,005	0,005

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* Переиздание декабрь 1980 г. с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1980 г. (ИУС № 12 1980 г.).

© Издательство стандартов, 1981

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2116 0912 01	Чистый (ч.) ОКП 26 2116 0911 02
4. Хлориды (Cl), %, не более	0,0005	0,001
5. Железо (Fe), %, не более	0,001	0,002
6. Тяжелые металлы (Pb), %, не более	0,0005	0,0010

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 70 г.

3.2. Определение массовой доли кислого фтористого аммония

3.2.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—75 и охлаждают до 0°С;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,5 н. раствор (хранят в банке из полиэтилена);

смешанный индикатор, состоящий из бромкрезолового пурпурового и бромтимолового синего; готовят по ГОСТ 4919.1—77 раствор хранят в склянке из оранжевого стекла.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 1 г препарата взвешивают во фторопластовой бюксе с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 50 см³ воды в платиновой чашке и титруют при охлаждении во льду раствором гидроокиси натрия в присутствии 4—5 капель смешанного индикатора до изменения цвета раствора от желтого в сине-фиолетовый.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовая доля кислого фтористого аммония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}02852 \cdot 100}{m}$$

где V — объем точно 0,5 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,02852 — количество кислого фтористого аммония, соответствующее 1 см³ точно 0,5 н. раствора гидроокиси натрия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

3.3. Определение остатка после прокаливания в виде сульфатов

Определение проводят по СТ СЭВ 434—77 из навески 10 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74 фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1). При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г в платиновой чашке, смачивают 1 см³ 1%-ного раствора углекислого натрия (ГОСТ 83—79) и нагревают на электроплитке, покрытой слоем асбеста, или на песчаной бане до прекращения выделения аммонийных солей (белый дым). Остаток растворяют в 3 см³ 3%-ного раствора борной кислоты (ГОСТ 9656—75) и 1 см³ раствора соляной кислоты и переносят в стакан для нефелометрирования вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят водой до 26 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10671.5—74 без прибавления раствора соляной кислоты.

Контрольный раствор готовят так же, как анализируемый, и с теми же количествами реактивов.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание сульфатов не будет превышать 0,05 мг.

При разногласиях в оценке содержания сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74 визуально-нефелометрическим методом в объеме 25 см³. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г в платиновой чашке, растворяют в 18 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10671.7—74, прибавляя 6 см³ раствора азотной кислоты (вместо 1 см³) и выдерживая раствор после прибавления раствора азотнокислого серебра в платиновой чашке в течение 10 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовлен-

ного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Cl,

для препарата чистый — 0,02 мг Cl,

1 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

При необходимости в результат определения вносят поправку на содержание хлоридов в 5 см³ раствора азотной кислоты, определяемую контрольным опытом.

3.6. Определение массовой доли железа и тяжелых металлов

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6.1. *Приборы, реактивы, растворы и посуда*

Спектрограф кварцевый типа ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещении щели и трехступенчатым ослабителем.

Генератор дуги типа ДГ-2, питаемый переменным и постоянным током.

Спектропроектор типа СПП-2 или ПС-18.

Микрофотометр типа МФ-4 или ИФО-451.

Весы аналитические типа АДВ-200 или ВЛА-200.

Прибор ИС для измельчения и перемешивания веществ с комплектом контейнеров и шариков из органического стекла диаметром 100 мм.

Ступка и пестик из органического стекла.

Плитка электрическая закрытого типа на напряжение 220 В, мощностью 800 Вт с графитовой прокладкой.

Печь муфельная с регулятором температуры.

Чашки платиновые вместимостью 25 см³.

Фотопластинки спектральные типа СП-I, чувствительностью 5 относительных единиц.

Угли графитированные для спектрального анализа, ос. ч. 7—3 диаметром 6 мм (электроды угольные); верхний электрод заточен на конус, нижний электрод — с кратером диаметром 4 мм и глубиной 7 мм.

Графит порошковый ос. ч. 8—4 по ГОСТ 23463—79.

Железа (III) окись, ос. ч.

Марганца (III) окись, ос. ч. 11—2.

Меди (II) окись по ГОСТ 16539—79.

Свинца (II) окись по ГОСТ 9199—77.

Натрий хлористый для спектрального анализа, х. ч.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Метол (параметиламинофенолсульфат) по ГОСТ 5.1177—71.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75.

Натрий сернистокислый 7-водный по ГОСТ 429—76.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом:

раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона, 104 г сернистокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют;

раствор Б — 16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют.

Перед проявлением растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют.

3.6.2. *Подготовка к анализу*

3.6.2.1. Приготовление анализируемой пробы

1,500 г кислого фтористого аммония перемешивают в ступке с 0,5000 г порошкового графита в течение 1 мин, затем смесь помещают в платиновую чашку и ставят на электроплитку для разложения кислого фтористого аммония. Полученный осадок выдерживают в муфельной печи при 300°С в течение 15 мин, затем угольный концентрат собирают калькой со стенок чашки и перемешивают в ступке с 0,0500 г хлористого натрия в течение 5 мин.

3.6.2.2. Приготовление образцов для построения градуировочных графиков

Головной образец, содержащий 1% железа и по 0,3% свинца, меди, марганца, готовят перемешиванием 0,0715 г окиси железа (III); 0,0188 г окиси меди (II); 0,0161 г окиси свинца (II); 0,0215 г окиси марганца (III) и 4,872 г порошкового графита, взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г для навесок до 0,5000 г включительно и с погрешностью не более 0,001 г для навесок более 0,5000 г. Окислы взвешивают на листочках кальки.

Перемешивание осуществляют следующим образом: вначале в ступке в течение 15 мин перетирают окислы и 1 г порошкового графита, затем смесь и остальной порошковый графит помещают в контейнер с пятью шариками и перемешивают на приборе ИС в течение 15 мин.

Образец для построения градуировочного графика (I), содержащий 0,1% железа и по 0,03% свинца, меди и марганца, готовят

перемешиванием 0,2000 г головного образца и 1,800 г порошкового графита.

Образцы для построения градуировочного графика (II, III, IV) с убывающими содержаниями примесей готовят разбавлением образца (I) и последующего за ним образца порошковым графитом в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Номер образца	Массовая доля примесей, %				Масса разбавляемого образца	Масса порошкового графита, г
	Fe	Pb	Cu	Mn		
II	0,01	0,003	0,003	0,003	0,600 г образца (I)	5,400
III	0,0033	0,001	0,001	0,001	1,5 г образца (II)	3,000
IV	0,001	0,0003	0,0003	0,0003	0,4000 г образца (II)	3,600

Перемешивание осуществляют на приборе ИС в контейнерах с пятью шариками в течение 15 мин. К образцам прибавляют хлористый натрий в количестве 10% от массы образца, после этого их дополнительно перемешивают на приборе ИС в течение 5 мин.

3.6.3. *Проведение анализа*

Перед анализом электроды обжигают в дуге переменного тока при силе тока 10 А в течение 20 с.

Анализируемую пробу и образцы (II, III, IV) помещают в кратеры электродов, набивая каждым по три электрода. В дуге постоянного тока фотографируют на одной фотопластинке при одинаковых условиях по три параллельных спектра анализируемой пробы и образцов. Щель спектрографа открывают до зажигания дуги.

Условия съемки:

сила тока, А — 10

ширина щели спектрографа, мм — 0,015

расстояние между электродами, мм — 2,0

экспозиция, с — 45.

3.6.4. *Обработка результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют в течение 3 мин, снова тщательно промывают в проточной воде и высушивают на воздухе.

Фотометрируют на микрофотометре, пользуясь логарифмической шкалой, аналитические линии определяемых элементов и соседнего с ними фона (нм):

Fe — 302,06 Pb — 283,31

Cu — 327,4 Mn — 280,1.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$$

где $S_{л+ф}$ — почернение фона + линии;
$S_ф$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого из образцов II, III, IV и анализируемой пробы. По значениям $\Delta S'$ образцов и значениям концентраций элементов в образцах строят градуировочный график для каждого элемента, откладывая по оси абсцисс логарифмы концентраций, а по оси ординат — соответствующие им средние арифметические значения разности почернений $\Delta S'$.

Содержание каждой примеси в препарате находят по графику с учетом коэффициента обогащения графитового концентрата примесями, равного 3.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание железа и суммарное содержание свинца, марганца и меди не будет превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20% относительно вычисляемой концентрации.

3.6.1—3.6.4. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

3.7. (Исключен, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии ГОСТ 3885—73.

Вид упаковки: Б-6.

Группа фасовки: IV и V.

На этикетке должна быть надпись: «Токсичен».

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Препарат должен быть принят техническим контролем предприятия-изготовителя. Изготовитель должен гарантировать соответствие кислого фтористого аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения препарата, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения реактива — один год со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Кислый фтористый аммоний токсичен. Предельно допустимая концентрация (ПДК) кислого фтористого аммония в воздухе рабочей зоны производственных помещений—1 мг/м³ (в пересчете на HF). При более высокой концентрации кислого фтористого аммония могут возникать как острые, так и хронические отравления. Кислый фтористый аммоний вызывает ожоги кожи и слизистых оболочек.

6.2. Под действием тепла и кислот кислый фтористый аммоний разлагается, выделяя фтористый водород, раздражающе действующий на слизистые оболочки. Предельно допустимая концентрация (ПДК) фтористого водорода в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 0,5 мг/м³.

6.3. При работе с препаратом необходимо применять индивидуальные средства защиты (защитные очки, противопылевые респираторы, резиновые перчатки, брезентовые костюмы, головные уборы для защиты от пыли). Не допускать попадания внутрь организма и на кожу.

6.4. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

6.5. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией; испытания препарата в лабораториях следует проводить в вытяжном шкафу.

Редактор *Р. Г. Говердовская*
Технический редактор *Ф. И. Шрайбштейн*
Корректор *Э. В. Митяй*

Сдано в наб. 03.06.81 Подп. в печ. 01.09.81 0,625 п. л. 0,51 уч.-изд. л. Тир. 6000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 2605

Изменение № 2 ГОСТ 9546—75 Реактивы. Аммоний фтористый кислый. Технические условия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.06.85 № 1673 срок введения установлен

с 01.10.85

Пункт 1.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2116 0912 01	Чистый (ч.) ОКП 26 2116 0911 02
1. Массовая доля кислого фтористого аммония ($NH_4F \cdot HF$), %, не менее	99	98
2. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,01	0,05
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,005
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,001
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,002
6. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0010

Стандарт дополнить разделом — 2*а* (перед разд. 2):

«2а. Требования безопасности

2а.1. Кислый фтористый аммоний по степени воздействия на организм человека относится к веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007—76.

Предельно допустимая концентрация его (в пересчете на HF) в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 0,2 мг/м³. При увеличении предельно допустимой концентрации кислый фтористый аммоний может вызвать острые или хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем.

2а.2. Определение предельно допустимой концентрации кислого фтористого аммония в воздухе основано на поглощении фтористого водорода раствором ализаринкомплексоната лантана с последующим измерением оптической плотности образовавшего тройного комплексного соединения синего цвета.

2а.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

2а.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории».

Пункт 3.1. Заменить значение: 70 на 125.

Пункт 3.2.1. Первый абзац. Исключить слово: «Применяемые»; третий абзац. Заменить слова: «0,5 н раствор» на «раствор концентрации с(NaOH) = = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83».

Пункт 3.2.2. Заменить слова: «1 г препарата взвешивают во фторопластовой бюксе с погрешностью не более 0,0002 г» на «1,0000 г препарата взвешивают во фторопластовой бюксе».

Пункт 3.2.3 Экспликация к формуле. Заменить слова: «точно 0,5 н. раствора гидроокиси натрия» на «раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³» (2 раза); «количество» на «масса»; «соответствующее» на «соответствующая»;

последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности $P = 0{,}95$»

Пункт 3.4. Второй абзац. Исключить слова: «фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1)»;

заменить слова: «При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 1,00 г препарата»; «далее определение проводят по ГОСТ 10671.5—74» на

«далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом»;

четвертый абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса»;

пятый абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.5. Второй абзац. Исключить слова: «визуально-нефелометрическим методом в объеме 25 см³»;

заменить слова: «При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 2,00 г препарата»; «далее определение проводят по ГОСТ 10671 7—74» на «далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом в объеме 25 см³»;

последний абзац. Заменить слово: «содержание» на «массу».

Пункт 3.6.1. Девятнадцатый абзац. Заменить слова: «Натрий хлористый для спектрального анализа х.ч.» на «Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.»;

двадцать четвертый абзац. Заменить слова: «Метол (параметиламинофенол сульфат) по ГОСТ 5.1177—71» на «Метол (4-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 25664—83».

Пункт 3.6.2.2. Второй абзац. Заменить слова: «Головной образец, содержащий 1 % железа и по 0,3 % свинца, меди, марганца» на «Головной образец, в котором массовая доля железа составляет 1 % свинца, меди и марганца по 0,3 %»;

(Продолжение изменения к ГОСТ 9546—75)

исключить слова: «взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г для навесок до 0,5000 г включительно и с погрешностью не более 0,001 г для навесок более 0,5000 г»;

четвертый абзац. Заменить слова: «градуировочного графика (1), содержащий 0,1 % железа и по 0,03 % свинца, меди и марганца» на «градуировочного графика (1), в котором массовая доля железа составляет 0,1 %, свинца, меди и марганца по 0,03 %»;

пятый абзац. Заменить слово: «содержаниями» на «массовыми долями».

Пункт 3.6.4. Заменить слово: «содержание» на «массовая доля» (3 раза);

последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности $P = 0{,}95$».

Пункт 4.1. Заменить слова: «Вид упаковки: Б-6» на «Вид и тип тары: 2—9»;

четвертый абзац исключить.

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие кислого фтористого аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления».

Раздел 6 исключить.

(ИУС № 9 1985 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 9546—75 Реактивы. Аммоний фтористый кислый. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.09.90 № 2553

Дата введения 01.03.91

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 26 2116—03 на ОКП 26 2116 0910 03.

Вводная часть. Третий абзац. Заменить слово: «Молекулярная» на «Относительная молекулярная».

Пункт 1.1. Таблица 1. Графа «Наименование показателя». Показатель 6 изложить в новой редакции: «6. Массовая доля суммы марганца, меди и свинца, %, не более».

Пункт 2а.1. Заменить формулу: HF на F; после слов «производственных помещений» изложить в новой редакции: «1/0,2 мг/м³ (числитель максимально разовая, знаменатель — среднесменная) по ГОСТ 12.1.005—88. При увеличении предельно допустимой концентрации кислый фтористый аммоний вызывает острые и хронические отравления с поражением центральной нервной системы, желудочно-кишечного тракта, нарушение обмена, раздражает кожу».

Пункт 2а.4. Исключить слово: «механической».

Пункт 3.1а изложить в новой редакции: «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86

При проведении взвешиваний применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г или ВЛЭ-200 г и ВЛКТ-500 г-М.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.1. Заменить слова: «не должна быть менее 125 г» на «должна быть не менее 65 г».

Пункт 3.2.1. Наименование изложить в новой редакции:

«3.2.1. *Реактивы, растворы и аппаратура»;*

первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87;

третий абзац. Заменить слово: «склянке» на «бутылке»;

дополнить абзацами: «бюретка 1(2,3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74;

капельница 2—50 ХС по ГОСТ 25336—82;

стаканчик для взвешивания из фторопласта или платиновый вместимостью 2 $см^3$;

чашка платиновая изделие № 118—5 или изделие № 115—5(6), или 117(7,8) по ГОСТ 6563—75;

цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.2.2. Заменить слова: «бюксе» на «стаканчике для взвешивания»; «титруют» на «титруют из бюретки».

Пункт 3.2.3. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных

определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,4 % при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции: «3.3. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 27184—86 из навески 10,00 г.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±40 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ±20 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 3.4. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 1,00 г препарата в платиновой чашке (ГОСТ 6563—75) смачивают 1 см³ раствора углекислого натрия с массовой долей 1 % (ГОСТ 83—79) и нагревают на электроплитке, покрытой слоем асбеста, или на песчаной бане до прекращения выделения аммонийных солей (белый дым). Остаток растворяют в 3 см³ раствора борной кислоты с массовой долей 3 % (ГОСТ 9656—75) и 1 см³ раствора соляной кислоты и переносят в стакан или коническую колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят водой до 26 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом без прибавления раствора соляной кислоты»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25 % при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 3.5. Второй абзац перед словом «растворяют» дополнить ссылкой: (ГОСТ 6563—75); заменить слова: «в объеме 25 см³» на «(способ 1) в объеме 25 см³ (вместо 20 см³)»;

четвертый абзац. Заменить значение: 0,01 на 0,010;

пятый абзац. Заменить значение: 0,02 на 0,020.

Пункт 3.6. Заменить слова: «и тяжелых металлов» на «марганца, меди и свинца».

Пункт 3.6.1. Пятый абзац исключить;

шестой абзац после слова «контейнеров» изложить в новой редакции: «диаметром 35 мм, высотой 70 мм и шариков диаметром 10 мм из органического стекла»;

девятый абзац исключить;

десятый—двенадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Чашки платиновые по ГОСТ 6563—75.

Фотопластинки спектральные типа СП-1 или ПФС-01 чувствительностью 3—6 относительных единиц.

Угли графитовые для спектрального анализа диаметром 6 мм, ос.ч. 7—3; электроды длиной 20 мм: верхний электрод затачивают на конус, нижний электрод — с кратером диаметром 4 мм и глубиной 7 мм. Перед анализом электроды обжигают в течение 20 с в дуге с силой переменного тока 12 А или электроды фасонные для спектрального анализа, ос.ч. 7—4 (используют без обжига)»;

четырнадцатый—семнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Железа (III) оксид, ос.ч. 2—4,

Марганца (III) оксид, ос.ч. 11—2.

Меди (II) оксид по ГОСТ 16539—79.

Свинец (II) оксид»;

двадцать третий абзац. Заменить слово: «4-метиламинофенолсульфат» на «4-метиламинофенол сульфат»;

двадцать четвертый, двадцать пятый абзацы изложить в новой редакции: «Натрий сернова тистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86.

Натрий сульфит 7-водный»;

двадцать седьмой абзац. Заменить слово: «сернистокислого» на «7-водного сульфита»;

двадцать восьмой абзац. Заменить значение: 16 на 40; 40 на 80;

последний абзац после значения 500 г дополнить словом: «5-водного»;

дополнить абзацем: «Допускается применять проявитель и фиксаж состава, приведенного в нормативно-технической документации на фотопластинки».

Пункт 3.6.2.1. Заменить значение: 1,500 на 1,5000; после слов «для разложения кислого фтористого аммония» изложить в новой редакции: «(до прекращения выделения белых паров). Полученный осадок продолжают выдерживать на электроплитке в течение 15 мин, затем угольный концентрат собирают калькой со стенок чашки и перемешивают в ступке с 0,0500 г хлористого натрия в течение 5 мин».

Пункт 3.6.2.2. Первый абзац. Заменить слова и значение: «окиси» на «оксида» (4 раза); «Окислы» на «Оксиды»; 4,872 на 4,8720;

второй абзац. Заменить слово: «окислы» на «оксиды»;

третий абзац. Заменить значение: 1,800 на 1,8000;

четвертый абзац. Исключить слова: «и последующего за ним образца»;

таблица 2. Графа «Массовая доля примесей». Заменить значение и обозначение: 0,0033 на 0,003; Mr на Mn;

графы «Масса разбавляемого образца» и «Масса порошкового графита, г» изложить в новой редакции:

Масса разбавляемого образца 1, г	Масса порошкового графита, г
0,4500	4,0500
0,1500	4,3500
0,0450	4,4550

последний абзац. Заменить слова: «в количестве 10 % от массы образца» на «массой 0,4500 г».

Пункт 3.6.3. Первый абзац исключить;

предпоследний абзац. Заменить слова: «расстояние между электродами, мм — 2,0» на «высота диафрагмы на средней линзе конденсатора, мм — 5,0»;

последний абзац. Заменить значение: 45 на 40.

Пункт 3.6.4. Четвертый абзац. Исключить слова: «и анализируемой пробы»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «По градуировочным графикам находят массовые доли каждой определяемой примеси в графитовом концентрате, последующим делением которых на коэффициент обогащения, равный 3, находят массовую долю каждой определяемой примеси в анализируемой пробе»;

шестой абзац исключить;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результата анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 40 % для железа и 60 % для марганца, меди и свинца»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±15 % для железа и ±20 % для марганца меди и свинца при доверительной вероятности $P = 0,95$».

Пункт 4.1. Третий абзац дополнить обозначением: VI;

дополнить абзацем: «Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77, опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 8, подкласс 8.1, черт. 6, классификационный шифр 8172) и серийный номер ООН 1727».

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 12 1990 г.).