МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
19347—
2014**

КУПОРОС МЕДНЫЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Уралмеханобр»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 ноября 2014 г. № 1826-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19347—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2015 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 19347—99

6 ИЗДАНИЕ (ноябрь 2019 г.) с Поправкой (ИУС № 4—2019)

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2015, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 3
4 Требования безопасности 7
5 Требования охраны окружающей среды 7
6 Правила приемки 8
7 Методы измерений 9
8 Транспортирование и хранение 34
9 Гарантии изготовителя 34
Библиография 35

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КУПОРОС МЕДНЫЙ

Технические условия

Blue vitriol. Specifications

Дата введения — 2015—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на медный купорос, предназначенный для сельского хозяйства, промышленности (при производстве искусственных волокон, органических красителей, минеральных красок, мышьяковистых химикатов, для обогащения руды при флотации), розничной торговли и экспорта.

Настоящий стандарт устанавливает требования к качеству медного купороса, упаковке, требования безопасности, охраны окружающей среды, к методам контроля, а также требования к транспортированию и хранению медного купороса.

Медный купорос гигроскопичен.

Формула: $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 249,68.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения*

ГОСТ 12.1.003 Система стандартов безопасности труда. Шум. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.3.009 Система стандартов безопасности труда. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 15.009 Система разработки и постановки продукции на производство. Непродовольственные товары народного потребления

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.753—2011.

Издание официальное

ГОСТ 17.2.3.01 Охрана природы. Атмосфера. Правила контроля качества воздуха населенных пунктов

ГОСТ 17.2.3.02 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями*

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 342 Реактивы. Натрий дифосфат 10-водный. Технические условия

ГОСТ 804 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 849 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 859 Медь. Марки

ГОСТ 1089 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1467 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 1973 Ангидрид мышьяковистый. Технические условия

ГОСТ 2156 Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 2226 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 3778 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4108 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4147 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 4530 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5457 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5841 Реактивы. Гидразин сернокислый

ГОСТ 5868 Реактивы. Калий щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 5959 Ящики из листовых древесных материалов неразборные для грузов массой до 200 кг. Общие технические условия

ГОСТ 6659 Картон обивочный водостойкий. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7933 Картон для потребительской тары. Общие технические условия

ГОСТ 8777 Бочки деревянные заливные и сухотарные. Технические условия

ГОСТ 9078 Поддоны плоские. Общие технические условия***

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9338 Барабаны фанерные. Технические условия

ГОСТ 9557 Поддон плоский деревянный размером 800×1200 мм. Технические условия***

ГОСТ 9570 Поддоны ящичные и стоечные. Общие технические условия

ГОСТ 9849 Порошок железный. Технические условия

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58577—2019.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

*** Действует ГОСТ 33757—2016.

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10354 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 11002 Ящики деревянные проволокоармированные. Общие технические условия

ГОСТ 13841 Ящики из гофрированного картона для химической продукции. Технические условия

ГОСТ 14189 Пестициды. Правила приемки, методы отбора проб, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 15846 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17065 Барабаны картонные навивные. Технические условия

ГОСТ 17811 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия

ГОСТ 18251 Лента клеевая на бумажной основе. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 18321 Статистический контроль качества. Методы случайного отбора выборок штучной продукции

ГОСТ 18573 Ящики деревянные для продукции химической промышленности. Технические условия

ГОСТ 19360 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 19433 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 20448 Газы углеводородные сжиженные топливные для коммунально-бытового потребления. Технические условия

ГОСТ 22235 Вагоны грузовые магистральных железных дорог колеи 1520 мм. Общие требования по обеспечению сохранности при производстве погрузочно-разгрузочных и маневровых работ

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования**

ГОСТ 24597 Пакеты тарно-штучных грузов. Основные параметры и размеры

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26319 Грузы опасные. Упаковка

ГОСТ 26381 Поддоны плоские одноразового использования. Общие технические условия

ГОСТ 27068 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30302 Контейнеры специализированные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 31340 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования

СТ СЭВ 543 Числа. Правила записи и округления

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Медный купорос изготавливают в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической инструкции, утвержденной в установленном порядке.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Для розничной торговли медный купорос по внешнему виду должен соответствовать образцу-эталону, утвержденному в соответствии с ГОСТ 15.009.

3.2 Медный купорос изготавливают двух марок: А и Б.

3.3 По физико-химическим показателям медный купорос соответствует нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Физико-химические показатели для марок А и Б медного купороса

В процентах

Наименование показателя	Норма для марки				
	А		Б		
	высший сорт	первый сорт	высший сорт	первый сорт	второй сорт
1 Массовая доля медного купороса: в пересчете на $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, не менее в пересчете на медь, не менее	99,1 25,22	98,0 24,94	98,1 24,97	96,0 24,43	93,1 23,67
2 Массовая доля железа, не более	0,02	0,04	0,04	0,05	0,10
3 Массовая доля свободной серной кислоты, не более	0,20	0,25	0,20	0,25	0,25
4 Массовая доля нерастворимого в воде остатка, не более	0,03	0,05	0,05	0,05	0,10
5 Массовая доля мышьяка, не более	0,002	0,012	0,012	0,012	0,028

Примечания

1 Для сельского хозяйства и в розничную торговлю поставляют медный купорос марок А и Б высшего и первого сорта.

2 В медном купоросе марки А высшего сорта, предназначенном для экспорта, массовая доля кальция должна быть не более 0,006 %, массовая доля магния — не более 0,005 %.

(Поправка).

3.4 В медном купоросе марки А высшего и первого сортов и марки Б высшего сорта, используемом в животноводстве, массовая доля свинца — не более 0,01 %, кадмия — не более 0,001 %, никеля — не более 0,005 %, сурьмы — не более 0,005 %, ртути — не более 0,0001 %, цинка — не более 0,01 %. Массовые доли вышеперечисленных компонентов гарантируются технологией и определяются по требованию потребителя.

3.5 Не допускается наличие в медном купоросе посторонних включений (куски дерева, металла и пр.).

3.6 Упаковка

3.6.1 Упаковка медного купороса должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

3.6.2 Медный купорос для промышленности упаковывают в деревянные бочки вместимостью от 50 до 120 $дм^3$ — по ГОСТ 8777, фанерные барабаны ФБ2-22А и ФБ5-22В — по ГОСТ 9338, деревянные ящики типа П-1 и П-2 — по ГОСТ 11002 массой 50 или 100 кг или фанерные ящики III и IV — по ГОСТ 5959 массой 35 кг с вкладышами из полиэтиленовой пленки — по ГОСТ 10354, двойные мешки (внутренний — полиэтиленовый — по ГОСТ 17811, наружный — тканевый мешок или непропитанные многослойные бумажные мешки типа НМ — по ГОСТ 2226), или ламинированные мешки типа ПМ — по ГОСТ 2226, или полиэтиленовые двойные, или одинарные мешки М 8,9(10)−0,220 — по ГОСТ 17811, или полиэтиленовые одинарные мешки — по [1], в полипропиленовые тканые мешки с вкладышами из полиэтиленовой пленки — по ГОСТ 10354 для груза массой не более 50 кг. Отклонение от установленной массы ± 1 %, но не более чем 2 кг.

Допускается по согласованию с потребителем упаковывать медный купорос в специализированные металлические контейнеры типа СК-2-3,2(5) по ГОСТ 30302 с полиэтиленовыми вкладышами, изготовленными по ГОСТ 19360.

По согласованию с потребителем допускается упаковка медного купороса в полипропиленовые мягкие контейнеры типа МКР с вкладышами из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354, грузоподъемностью 1000 кг, 1250 кг и 1300 кг по [2 — 6] или иному нормативному документу, утвержденному и

согласованному в установленном порядке, с аналогичными или более высокими техническими характеристиками, обеспечивающими сохранность продукции и безопасность транспортирования.

Транспортная тара должна иметь сертификат соответствия требованиям ГОСТ 26319, специализированные контейнеры типа СК-2-3,2(5) и мягкие контейнеры типа МКР должны быть сертифицированы.

3.6.3 Медный купорос, предназначенный для сельского хозяйства, упаковывают в соответствии с ГОСТ 14189. Группа фасовки — III. Продукт упаковывают в двойные или одинарные мешки М89(10)−0,220 по ГОСТ 17811, вложенные в непропитанные многослойные бумажные мешки типа НМ или ламинированные мешки типа ПМ — по ГОСТ 2226.

3.6.4 Медный купорос, предназначенный для розничной торговли, упаковывают в двойные или одинарные пакеты из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354 или, по согласованию с потребителями, в полиэтиленовые банки вместимостью от 500 до 2000 $см^3$ по нормативной документации, или в коробки из картона Б по ГОСТ 7933 с внутренним водонепроницаемым пакетом из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354. Толщина пленки для двойных пакетов — не менее 0,040 мм, для одинарных — не менее 0,070 мм. Пакеты укладывают в непропитанные многослойные бумажные мешки типа НМ или ламинированные мешки типа ПМ по ГОСТ 2226, или полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811, или ящики из гофрированного картона (номер ящика 55 или 56) по ГОСТ 13841, или картонные навивные барабаны типа III вместимостью 28 $дм^3$ по ГОСТ 17065, или в двойные или одинарные полиэтиленовые мешки — по ГОСТ 17811. Банки укладывают в фанерные ящики по ГОСТ 18573.

Масса пакета от 0,1 до 3,0 кг, масса транспортной тары — 15 кг. Предельное отклонение от установленной массы нетто не должно превышать ± 3 %.

3.6.5 Мешки и пакеты из полиэтиленовой пленки с медным купоросом должны быть заварены. Допускается совместная прошивка бумажного мешка с полиэтиленовым вкладышем. Бумажные мешки должны быть прошиты машинным способом или заклеены бумажной лентой по ГОСТ 18251.

Картонные ящики должны быть оклеены.

3.6.6 Продукт, предназначенный для экспорта, упаковывают, маркируют и транспортируют в соответствии с контрактом и требованиями настоящего стандарта. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192, предупредительная маркировка — по ГОСТ 31340, маркировка должна соответствовать требованиям европейских стандартов EFIBCA, рекомендациям ООН, международным правилам и соглашениям о перевозке опасных грузов, действующим между государствами — участниками этих соглашений.

3.6.7 Нормативная документация на тару и упаковку должна быть согласована с органами исполнительной власти в области железнодорожного транспорта государств, принявших настоящий стандарт.

3.7 Маркировка

3.7.1 Маркировку потребительской тары для медного купороса, предназначенного для промышленности и сельского хозяйства, следует наносить непосредственно на тару по трафарету или на ярлык печатным, машинным или другим способом, обеспечивающим разборчивость текста.

Ярлык должен быть прочно приклеен или запаян.

При упаковывании медного купороса в двойные полиэтиленовые мешки ярлык вкладывают между слоями полиэтиленовой пленки.

Маркировка должна содержать:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование и марку продукта;
- массу нетто;
- знак опасности — по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9153);
- номер партии;
- номер ООН 3077;
- КШ 9063 (для перевозки по железным дорогам);
- дату изготовления;
- обозначение настоящего стандарта;
- манипуляционный знак «Беречь от влаги» — по ГОСТ 14192;
- предупредительную полосу с указанием группы пестицидов — по ГОСТ 14189 (фунгицид).

3.7.2 Маркировка потребительской тары для купороса, предназначенного для розничной торговли, должна содержать:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование и назначение продукта (фунгицид);
- массу нетто;

- обозначение настоящего стандарта;
- краткую инструкцию по применению;
- дату изготовления;
- марку продукта.

Маркировка должна быть четкой и красочно оформленной.

На полиэтиленовые пакеты маркировку наносят типографским способом или вкладывают ярлык между слоями полиэтилена.

При нанесении маркировки непосредственно на полиэтиленовую пленку методом печати или флексографии дату изготовления и марку продукта не указывают.

3.7.3 На мешки, коробки, ящики, барабаны, в которые упакован купорос, предназначенный для розничной торговли, наносят маркировку, содержащую следующие данные:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукта;
- назначение (фунгицид);
- массу нетто;
- номер партии;
- дату изготовления;
- обозначение настоящего стандарта;
- манипуляционный знак «Беречь от влаги» — по ГОСТ 14192;
- количество упаковочных единиц;
- знак опасности — по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9153, чертеж 6б);
- номер ООН 3077;
- КШ 9063 (для перевозки по железным дорогам).

Способ нанесения маркировки — в соответствии с 3.7.4.

3.7.4 Транспортная маркировка медного купороса — по ГОСТ 14192 и по ГОСТ 14189 должна содержать:

- манипуляционный знак «Беречь от влаги»;
- основные надписи:

а) полное или условное зарегистрированное в установленном порядке наименование грузополучателя;

б) наименование пункта назначения;

в) количество грузовых мест в партии и порядковый номер внутри партии;

- дополнительные надписи:

а) полное или условное зарегистрированное в установленном порядке наименование грузоотправителя;

б) наименование пункта отправления с указанием названия железнодорожной станции отправления и сокращенное наименование дороги отправления;

в) надписи транспортных организаций;

- информационные надписи должны содержать:

а) массу брутто и нетто грузового места в килограммах;

б) наименование и марку продукта;

в) наименование продукта в соответствии с алфавитным указателем опасных грузов — сульфат меди пентагидрат;

г) знак опасности по ГОСТ 19433-9 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9153);

д) номер ООН 3077;

е) КШ 9063 (для перевозки по железным дорогам).

Предупредительная маркировка — по ГОСТ 31340.

На специализированные контейнеры манипуляционный знак «Беречь от влаги» не наносят.

Кроме того, на транспортную тару наносят следующие данные:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукта и марку;
- дату изготовления;
- номер партии;
- обозначение настоящего стандарта;
- гарантийный срок хранения.

На полиэтиленовые мешки маркировку наносят печатным способом либо приваривают полиэтиленовую этикетку с маркировкой. Допускается наносить на полиэтиленовый мешок номер партии и дату изготовления горячим тиснением.

На бумажные мешки, барабаны, ящики наклеивают ярлык или наносят маркировку печатным способом.

При упаковке медного купороса в двойные полиэтиленовые мешки ярлык вкладывают между слоями полиэтиленовой пленки.

При упаковке медного купороса в мягкие специализированные контейнеры типа МКР маркировку наносят непосредственно на контейнер печатным способом.

4 Требования безопасности

4.1 Медный купорос относится к веществам 2-го класса опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007 и [7].

Попадая в организм человека, медный купорос вызывает желудочно-кишечные расстройства.

Медный купорос негорюч, пожаровзрывобезопасен.

4.2 Предельно допустимая концентрация пыли медного купороса в пересчете на медь в воздухе рабочей зоны — 0,5 мг/м^3.

4.3 Средства и способы пожаротушения — по ГОСТ 12.4.009.

4.4 Общие требования к системе вентиляции производственных помещений — по ГОСТ 12.4.021. Места выделения вредных веществ в воздух рабочей зоны должны быть оборудованы местными отсосами.

4.5 Требования безопасности при проведении погрузочно-разгрузочных работ — по ГОСТ 12.3.009.

4.6 Общие требования к защите от шума на рабочих местах, шумовым характеристикам машин — в соответствии с ГОСТ 12.1.003.

4.7 Общие требования и номенклатура видов защиты по электробезопасности — по ГОСТ 12.1.019.

4.8 Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты в соответствии с правилами, принятыми на территории каждой страны СНГ.

4.9 Средства индивидуальной защиты необходимо использовать в соответствии с утвержденным в установленном порядке нормативным документом о порядке выдачи, хранения и использования специальной одежды, специальной обуви и других предохранительных средств.

4.10 Персонал, занятый на производстве медного купороса и выполнении анализов, должен быть обеспечен в профилактических целях бесплатным лечебно-профилактическим питанием, молоком или другими равноценными пищевыми продуктами в соответствии с правилами и нормами, принятыми на территории каждой страны СНГ.

4.11 Персонал, занятый на производстве медного купороса и выполнении анализов, должен быть не моложе 18 лет, проходить медицинские осмотры в соответствии с порядком и сроками проведения предварительных (при поступлении на работу) и периодических осмотров в соответствии с требованиями национальных органов здравоохранения.

4.12 Персонал, занятый на производстве медного купороса и выполнении анализов, должен быть обеспечен санитарно-бытовыми помещениями согласно своду правил [8] для группы 1б производственных процессов.

4.13 В производственных помещениях (включая помещения для проведения химических анализов) запрещается хранить пищевые продукты и воду, принимать пищу, пить и курить.

4.14 После окончания работ необходимо провести уборку рабочего места, очистить специальную одежду, другие защитные средства и используемые инструменты, вымыть руки и лицо с мылом, а в конце смены принять душ.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 Контроль содержания вредных веществ в объектах окружающей среды при производстве и использовании медного купороса осуществляют аккредитованные службы предприятий-изготовителей или специализированные организации.

5.2 При производстве и использовании медного купороса в атмосферный воздух через организованные источники выбросов возможны выделения аэрозолей загрязняющих веществ, концентрации

которых в приземном слое, начиная с границы санитарно-защитной зоны и далее, с учетом рассеивания, не должны превышать значений предельно допустимых концентраций (ПДК) и ориентировочно безопасных уровней воздействия для населенных мест (ОБУВ).

5.3 С целью охраны атмосферного воздуха от загрязнения должно быть обеспечено выполнение требований санитарных правил [9], ГОСТ 17.2.3.01 и ГОСТ 17.2.3.02.

5.4 При попадании загрязняющих веществ, образующихся при производстве и использовании медного купороса, в воды объектов водопользования или в воды объектов, имеющих рыбохозяйственное значение, их содержание должно соответствовать гигиеническим нормативам [10] или [11].

5.5 Допустимый уровень загрязнения почвенного покрова населенных мест веществами, образующимися при производстве и использовании медного купороса, должен быть не более значений ПДК согласно методическим указаниям [12].

6 Правила приемки

6.1 Медный купорос принимают партиями. Партией считают продукт, однородный по показателям качества, упакованный в тару одного типа и одинаковой вместимости и оформленный одним документом о качестве. Масса партии должна быть не более грузоподъемности одного вагона.

При транспортировании морским транспортом массу партии определяют контрактом.

Документ о качестве должен содержать:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование, марку и сорт продукта;
- номер партии и дату изготовления;
- массу нетто;
- результаты проведенных измерений;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Для определения состояния упаковки, маркировки, измерения массы нетто, контроля качества продукта от партии отбирают случайную выборку по ГОСТ 18321—73 (пункт 2.2).

Объем выборки в зависимости от размера партии указан в таблице 2.

Таблица 2 — Объем выборки в зависимости от размера партии

В штуках

Число упаковочных единиц в партии	Объем выборки
2—5	2
6—20	3
21—50	5
51—100	7
101—200	10
201—500	12
501—1000	20
Примечание — При числе упаковочных единиц более 1000 объем выборки — 2 %.	

При получении неудовлетворительных результатов измерений хотя бы по одному из показателей проводят повторные измерения на удвоенной выборке той же партии. Результаты повторных измерений распространяются на всю партию.

6.3 Для продукта, предназначенного для сельского хозяйства, правила приемки — по ГОСТ 14189.

6.4 Объем выборки медного купороса, предназначенного для розничной торговли, — 3 % упаковочных единиц, но не менее трех упаковочных единиц.

Из отобранных упаковочных единиц отбирают 3 % пакетов, но не менее одной упаковочной единицы. Если при проверке обнаруживают более 3 % пакетов, не соответствующих требованиям, предъявляемым к упаковке, маркировке, массе нетто и качеству продукта, всю партию бракуют.

6.5 Для проверки качества медного купороса, находящегося на потоке, отбирают пробу массой от 1 до 2 кг от каждой тонны продукта.

6.6 Измерение массовой доли мышьяка изготовитель проводит периодически — не реже одного раза в месяц.

6.7 Измерение массовой доли железа в медном купоросе, предназначенном для сельского хозяйства и розничной торговли, изготовитель проводит периодически — один раз в месяц.

7 Методы измерений

7.1 Отбор проб

7.1.1 Точечные пробы медного купороса из упаковочных единиц отбирают щупом, погружая его на 2/3 глубины по вертикальной оси или диагонали.

Масса точечной пробы должна быть не менее 200 г.

Точечные пробы от медного купороса, находящегося на потоке, отбирают с помощью совка или механического пробоотборника, изготовленного из материала, не вступающего в реакцию с медным купоросом.

7.1.2 Отобранные точечные пробы медного купороса соединяют в объединенную пробу, из которой квартованием получают представительную пробу для измерений массой не менее 500 г.

Представительную пробу для измерений отбирают быстро, во избежание изменения влажности медного купороса. Одну часть пробы передают для проведения измерений, другую хранят как контрольную. Срок хранения пробы — 2 года.

7.1.3 Полученную представительную пробу помещают в полиэтиленовый мешок или чистую сухую стеклянную или из полимерных материалов банку с плотно закрывающейся крышкой. На мешок или банку наклеивают ярлык с указанием:

- наименования продукта;
- номера партии;
- даты отбора пробы;
- фамилии пробоотборщика или штампа с номером;
- регистрационного номера пробы;
- назначения пробы.

Допускается полиэтиленовый мешок с пробой помещать в бумажный пакет, непосредственно на который должны быть нанесены данные, указанные выше.

7.2 Общие требования к методам измерений

7.2.1 При проведении измерений применяют весы лабораторные по ГОСТ 24104, класс точности весов должен быть указан в конкретном методе измерений.

7.2.2 Навеску медного купороса взвешивают с точностью до четырех десятичных знаков после запятой, если нет указаний в конкретной методике измерений.

7.2.3 Для прокаливания и сплавления применяют муфельные лабораторные печи, обеспечивающие температуру нагрева до 1100 °С (при условии, что в методике измерений не установлена другая температура). Для высушивания применяют лабораторные сушильные шкафы, обеспечивающие температуру нагрева не менее 250 °С. Для растворения и выпаривания растворов применяют электрические плиты с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающие температуру нагрева до 350 °С.

7.2.4 Для проведения измерений применяют мерную лабораторную стеклянную посуду не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770, ГОСТ 29169, ГОСТ 29227, ГОСТ 29251, посуду и оборудование — по ГОСТ 25336, фарфоровую посуду и оборудование (тигли, лодочки, вставки для эксикаторов и др.) — по ГОСТ 9147.

7.2.5 Применяемые в методах измерений средства измерений должны иметь свидетельства о поверке и (или) сертификаты калибровки, испытательное оборудование должно быть аттестовано.

7.2.6 Массовую долю компонентов определяют параллельно в двух или трех навесках — по количеству параллельных определений, число которых указывают в конкретной методике измерений. Одновременно с проведением измерений в тех же условиях проводят холостой опыт для внесения поправки в результаты измерений.

7.2.7 Применяемые в методиках измерений реактивы должны иметь квалификацию не ниже «чистые для анализа». Допускается применение реактивов более низкой квалификации при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, нормированных в методике измерений. Обязательное применение реактивов более высокой квалификации оговаривается в методике измерений.

7.2.8 Для приготовления анализируемых растворов и растворов реактивов используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа второй степени чистоты. Необходимость применения более чистой воды устанавливают в методике измерений.

7.2.9 Срок хранения растворов — в соответствии с требованиями ГОСТ 4212, если нет других указаний в методиках измерений.

7.2.10 При проведении измерений допускается использование реактивов, других типов средств измерений, посуды, вспомогательного оборудования, в том числе импортного, с характеристиками, обеспечивающими метрологические показатели, указанные в методиках измерений.

7.3 Методы проверки приемлемости результатов, получаемых в условиях повторяемости и воспроизводимости

7.3.1 Проверку приемлемости результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, осуществляют при получении каждого результата измерений рабочих проб.

7.3.2 Процедура проверки приемлемости результатов параллельных определений предусматривает сравнение абсолютного расхождения между наибольшим $X_{max,n}$ и наименьшим $X_{min,n}$ n–результатами единичных измерений (определений) r_k, выполненными в соответствии с методикой измерений, с пределом повторяемости r.

Значения предела повторяемости для $n = 2$ приведены в 7.9—7.16 и для $n = 3$ — в 7.8.

Если выполняется условие

$$r_k = X_{max,n} - X_{min,n} \le r, \quad (1)$$

то за результат измерений принимают среднеарифметическое значение из n — результатов единичных измерений X_i ($i = 1, ..., n$).

Если условие (1) не выполняется, то анализ повторяют или используют методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2).

7.3.3 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предел воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднеарифметическое значение.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6.

7.4 При оценке приемлемости двух результатов измерений, полученных по одной методике измерений с различными значениями показателей прецизионности (при их интервальном представлении), предел повторяемости r, промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ и воспроизводимости R рассчитывают по формулам

$$r = 0{,}71\sqrt{r_{min}^2 + r_{max}^2}, \quad (2)$$

где r_{min} и r_{max} — пределы повторяемости, соответствующие значениям определяемого компонента в пробе;

$$R_{I(TO)} = 0{,}71\sqrt{R_{I(TO)1}^2 + R_{I(TO)2}^2}, \quad (3)$$

где $R_{I(TO)1}$ и $R_{I(TO)2}$ — пределы промежуточной прецизионности;

$$R = 0{,}71\sqrt{R_1^2 + R_2^2}, \quad (4)$$

где R_1 и R_2 — пределы воспроизводимости.

7.5 Контроль точности результатов измерений в пределах лаборатории

7.5.1 Контроль точности результатов измерений в пределах лаборатории осуществляют для методик измерений с установленными показателями точности (правильности и прецизионности), допущенными к применению в установленном порядке в соответствии с ГОСТ 8.010.

7.5.2 При реализации методик измерений в лаборатории обеспечивают оперативный контроль процедуры измерений и контроль стабильности результатов измерений.

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приводят во внутренних документах лаборатории.

Процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в документах лаборатории.

7.5.3 В качестве средств контроля могут быть использованы:

- образцы для контроля (ОК): стандартные образцы (СО) по ГОСТ 8.315 или аттестованные смеси (АС) по [13];
- рабочие пробы с известной добавкой определяемого компонента;
- рабочие пробы стабильного состава;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном соотношении;
- другие методики измерений с установленными показателями точности (контрольные методики измерений).

7.5.4 Контроль процедуры измерений с применением образцов для контроля (ОК) состоит в сравнении результата контрольного определения аттестованной характеристики образца для контроля $\overline{X}$ с аттестованным значением C по [14]. При этом применяемые ОК должны быть адекватны анализируемым пробам (возможные различия в составах анализируемых проб не должны вносить в результаты измерений статистически значимую погрешность).

Погрешность аттестованного значения ОК должна быть не более одной трети от характеристики погрешности результатов измерений.

Если при проведении контроля применяют образцы для контроля, которые не использовались при установлении показателя точности результатов измерений, в случае превышения погрешности ОК одной трети погрешности методики измерений, допускается норматив контроля K рассчитывать по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{AT}^2 + \Delta_{\overline{X}}^2}, \quad (5)$$

где Δ_{AT} — погрешность аттестованного значения ОК;

$\Delta_{\overline{X}}$ — значение показателя точности результатов измерений, соответствующее аттестованному значению ОК.

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условия

$$|X_{гр} - C| \le K_{гр}, \quad (6)$$

где C — аттестованное значение массовой концентрации компонента в градуировочном образце;

$X_{гр}$ — найденное по градуировочному графику значение массовой концентрации компонента в градуировочном образце;

$K_{гр}$ — значение норматива контроля стабильности градуировочного графика, установленное в лаборатории при построении градуировочного графика.

7.5.5 Оперативный контроль процедуры измерений с применением метода добавок, контрольной методики измерений или метода разбавления пробы реализуют в соответствии с алгоритмами, приведенными в [14].

При реализации оперативного контроля процедуры измерений с применением метода добавок при условии, что $X_1 < C_м$, если X_1 — массовая доля определяемой примеси в пробе, $C_м$ — нижний предел определяемой концентрации, величина добавки должна в 2—3 раза превышать значение $C_м$. Контроль проводят путем сравнения результатов контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = |X' - C_д| \le K = \sqrt{\Delta_{C_м}^2 + \Delta_X^2}, \quad (7)$$

где X' — массовая доля определяемой примеси в пробе с добавкой;

$C_д$ — значение добавки;

$\pm \Delta_{C_м}$ ($\pm \Delta_X$) — значение характеристики погрешности результата измерений, соответствующее массовой доле определяемой примеси в пробе для нижнего предела определяемой концентрации в пробе (пробе с добавкой соответственно).

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию $|K_к| \le K$, процедуру анализа признают удовлетворительной.

Допускается использовать и другие способы оперативного контроля процедуры измерений.

7.5.6 Для проверки стабильности результатов измерений в пределах лаборатории используют процедуры контроля согласно ГОСТ ИСО 5725-6 и рекомендациям [14].

7.5.7 Выбор способа контроля зависит от анализируемых объектов и показателей, методов измерений, стоимости и длительности проведения измерений и т.п.

7.6 Оформление результатов измерений

7.6.1 За результат измерений принимают среднеарифметическое или медиану результатов параллельных определений.

Результаты измерений представляют в виде $X \pm \Delta$ (при доверительной вероятности $P = 0,95$),

где X — результат измерений, %;

$\pm \Delta$ — характеристика погрешности измерений, %.

Значения «$\pm \Delta$» приведены в 7.8 — 7.16 настоящего стандарта, устанавливающих соответствующую методику (метод) измерений.

Примечания

1 В случае, когда за окончательный результат измерений принимают медиану, значения критической разности и характеристики погрешности рассчитывают в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6.

2 При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;
- способ определения результата измерений (среднеарифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

7.6.2 Округление результатов измерений проводят в соответствии с требованиями СТ СЭВ 543.

7.6.3 Допускается применение других методик (методов) измерений, аттестованных в установленном порядке в соответствии с ГОСТ 8.010 и обеспечивающих получение результатов измерений с погрешностями, не превышающими указанные в настоящем стандарте.

7.7 При возникновении разногласий между поставщиком и потребителем по качеству медного купороса арбитражными методами измерений являются методы, изложенные в настоящем стандарте.

7.8 Измерение массовой доли медного купороса в пересчете на $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ и медь

7.8.1 Область применения

В настоящем пункте установлено измерение массовой доли меди в медном купоросе йодометрическим методом в пересчете на $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ в диапазоне измерений от 90 % до 100 %, в пересчете на медь в диапазоне измерений от 22,90 % до 25,45 %.

7.8.2 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли медного купороса соответствует характеристикам, приведенным в таблице 3 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли	Показатель точности измерений $\pm \Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 3$)	воспроизводимости R
От 90,0 до 100 включ. (в пересчете на $CuSO_4 \cdot 5H_2O$)	0,6	0,4	0,8
От 22,90 до 25,45 включ. (в пересчете на медь)	0,15	0,10	0,21

7.8.3 Сущность метода

Метод основан на реакции восстановления меди (II) до меди (I) йодистым калием в слабокислой среде. Выделившийся элементный йод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

Мешающее влияние железа устраняют добавлением в анализируемый раствор перед титрованием натрия дифосфата 10-водного, который образует с ионами железа бесцветный комплекс, не вступающий в реакцию с калием йодистым.

7.8.4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- весы специального класса точности — по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2-500-2, 2-1000-2 — по ГОСТ 1770;

- колбы Кн-2-250-19/26, Кн-2-500-19/26 — по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1-250 ТХС — по ГОСТ 25336;
- бюретки 1-2-25-01, 1-2-50-01 — по ГОСТ 29251;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- мензурки 50 (100) — по ГОСТ 1770;
- пипетки 1-2-50 — по ГОСТ 29169;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную — по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную — по ГОСТ 4461 и разбавленную 1:1;
- кислоту серную — по ГОСТ 4204 и разбавленную 1:1 и 1:2;
- кислоту уксусную — по ГОСТ 61, разбавленную 1:3;
- калий йодистый — по ГОСТ 4232;
- крахмал растворимый — по ГОСТ 10163, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм^3;
- натрий углекислый — по ГОСТ 83;
- натрий дифосфат 10-водный — по ГОСТ 342;
- спирт этиловый ректификованный технический — по ГОСТ 18300;
- медь — по ГОСТ 859, марки не ниже М0;
- натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) — по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3;
- фильтры обеззоленные — по [15] или аналогичные.

7.8.5 Подготовка к проведению измерений

7.8.5.1 При приготовлении раствора крахмала растворимого с массовой концентрацией 5 г/дм^3 навеску крахмала массой 0,5 г размешивают в 10 см^3 воды до получения однородной кашицы, смесь медленно вливают при перемешивании в 90 см^3 кипящей воды и кипятят в течение 2 — 3 мин, охлаждают. При необходимости раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», трижды промытый горячей водой. Раствор применяют свежеприготовленным.

7.8.5.2 При приготовлении раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 навеску соли массой 24,8 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают от 800 до 900 см^3 свежепрокипяченной и охлажденной воды, растворяют при перемешивании, добавляют от 0,03 до 0,05 г углекислого натрия, перемешивают, доливают до метки прокипяченной и охлажденной водой и перемешивают. Перед установлением массовой концентрации раствора тиосульфата натрия раствор выдерживают в течение 6 — 7 суток.

Допускается готовить раствор серноватистокислого натрия из соответствующего стандарт-титра согласно инструкции по его приготовлению.

7.8.5.3 Установление массовой концентрации раствора тиосульфата натрия

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом: стружку металлической меди помещают в теплый раствор уксусной кислоты, разбавленной 1:3, затем промывают водой, этиловым спиртом и высушивают на воздухе. Отбирают не менее трех навесок меди массой от 0,10 до 0,20 г, взятых с точностью до четвертого знака, и помещают их в стаканы или конические колбы с широким горлом вместимостью 250 см^3. Приливают по 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают стакан (колбу) часовым стеклом (крышкой) и нагревают до растворения навески. Стекло снимают, обмывают его над стаканом (колбой) водой и упаривают раствор до объема от 2 до 3 см^3. Приливают 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха (в остатке 2—3 капли кислоты). Приливают 40 см^3 воды, нагревают до растворения солей и охлаждают. Прибавляют от 2 до 3 г йодистого калия, перемешивают до растворения соли и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до бледно-желтой окраски. Приливают от 3 до 5 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия C, выраженную в граммах меди на 1 см^3 раствора, г/см^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V}, \qquad (8)$$

где m — масса навески меди, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, с учетом холостого опыта, см^3.

7.8.6 Проведение измерений

Навеску медного купороса массой около 10,0000 г помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, растворяют в объеме от 250 до 300 см^3 воды, доливают водой до метки и перемешивают. Не растворившемуся в воде остатку дают полностью осесть, после чего отбирают аликвоту раствора 50 см^3, помещают ее в коническую колбу вместимостью 250 (500) см^3. Прибавляют 1 г пирофосфорнокислого натрия, от 4 до 5 г йодистого калия, 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:2 или 10 см^3 уксусной кислоты, разбавленной 1:3, перемешивают и оставляют на промежуток времени от 10 до 15 мин в темном месте.

Затем титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия при постоянном перемешивании до бледно-желтой окраски. Приливают от 2 до 3 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Одновременно через весь ход измерений проводят холостой опыт со всеми реактивами.

7.8.7 Обработка результатов

7.8.7.1 Массовую долю медного купороса (в пересчете на $CuSO_4 \cdot 5H_2O$), X, или (в пересчете на медь) X_1, % вычисляют по формулам

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot C \cdot 500 \cdot 100 \cdot 3{,}929}{m \cdot 50}, \quad (9)$$

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot C \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50}, \quad (10)$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование раствора холостого опыта, см^3;

C — массовая концентрация раствора тиосульфата натрия по меди, г/см^3;

500 — вместимость мерной колбы, см^3;

3,929 — коэффициент пересчета меди на медный купорос;

m — масса навески медного купороса, г;

50 — объем аликвоты раствора, взятой для измерений, см^3.

7.8.7.2 Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3 — 7.6.

7.9 Методы измерений массовой доли железа

7.9.1 Область применения

В настоящем пункте установлено измерение массовой доли железа фотометрическим методом и методом атомно-абсорбционной спектроскопии в диапазоне от 0,010 % до 0,3 %.

7.9.2 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли железа соответствует характеристикам, приведенным в таблице 4 (при P = 0,95).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли железа при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли железа	Показатель точности измерений ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,010 до 0,020 включ.	0,003	0,002	0,004
Св. 0,020 » 0,050 »	0,007	0,005	0,010
» 0,050 » 0,100 »	0,015	0,010	0,021
» 0,100 » 0,300 »	0,045	0,030	0,064

7.9.3 Фотометрический метод

7.9.3.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотометр фотоэлектрический со всеми принадлежностями, обеспечивающие проведение измерений при длине волны от 400 до 440 нм;
- весы специального класса точности — по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- колбы мерные 1-100-2, 2-1000-2 — по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-250-19/26 ТХС — по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1-250 ТХС — по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности — по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- воронки для фильтрования лабораторные — по ГОСТ 25336;
- мензурки 50 (100) — по ГОСТ 1770;
- стекла часовые.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную — по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную — по ГОСТ 4461;
- кислоту соляную — по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;
- аммиак водный — по ГОСТ 3760;
- аммоний хлористый — по ГОСТ 3773;
- кислоту сульфосалициловую — по ГОСТ 4478, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3;
- железо — по ГОСТ 9849, раствор с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3;
- промывную жидкость;
- фильтры обеззоленные — по [15] или аналогичные.

7.9.3.2 Метод измерений

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплекса железа (III) с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде.

7.9.3.3 Подготовка к выполнению измерений

При приготовлении раствора железа с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 навеску железа массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 30 до 35 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1), нагревают до кипения и упаривают раствор до сухих солей. Затем приливают от 100 до 120 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения солей и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Примечание — Допускается приготовление раствора по ГОСТ 4212.

При приготовлении промывной жидкости около 1,000 г хлористого аммония помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 1 см^3 аммиака, разбавляют водой до 100 см^3 и перемешивают.

Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая помещают соответственно 0,0; 0,5; 1; 2; 3 и 5,0 см^3 раствора железа с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3, что соответствует 0,00; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 и 0,5 мг железа. Приливают по 20 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты с массовой концентрацией 100 г/дм^3 и аммиак до перехода окраски раствора в желтый цвет и еще 5 см^3. Доливают водой до метки и перемешивают.

По истечении 15—20 мин измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны (425 ± 5) нм или на фотоэлектрическом фотометре со светофильтром, имеющим длину волны, соответствующую максимуму светопропускания от 400 до 440 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит раствор холостого опыта (раствор с нулевой концентрацией железа).

По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности от массы железа.

7.9.3.4 Выполнение измерений

Навеску медного купороса массой около 10,0000 г помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 3,00 г хлористого аммония и растворяют в 100 см^3 воды. Прибавляют

1 см^3 азотной кислоты, нагревают раствор и кипятят в течение 5 — 7 мин, после чего раствор охлаждают до температуры от 60 °С до 70 °С.

К охлажденному раствору приливают небольшими порциями аммиак до полного растворения выделившегося осадка основных солей меди и осаждения гидроксида железа, затем добавляют еще 5 см^3 аммиака. Стакан с раствором оставляют на (20 ± 2) мин при температуре от 40 °С до 50 °С до коагуляции осадка.

Раствор фильтруют через фильтр «белая лента», промывают фильтр с осадком горячим раствором промывной жидкости (до обесцвечивания промывной жидкости и фильтра).

Осадок на фильтре растворяют в 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, помещая фильтрат в стакан (колбу), в котором проводили осаждение гидроксида железа. Фильтр промывают три или четыре раза горячей водой. Затем к раствору прибавляют 0,5 г хлористого аммония и вновь осаждают аммиаком гидроксид железа. Осадок вновь фильтруют через фильтр «белая лента» и промывают фильтр с осадком пять или шесть раз горячим раствором промывной жидкости (до обесцвечивания промывной воды и фильтра).

Осадок на фильтре растворяют в объеме от 20 до 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. Фильтр промывают три или четыре раза горячей водой, присоединяя промывную воду к солянокислому раствору, и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают пипеткой 1 или 5 см^3 (в зависимости от массовой доли железа) аликвоту раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают от 20 до 25 см^3 сульфосалициловой кислоты и, при непрерывном перемешивании, аммиак — до перехода окраски раствора в желтый цвет и еще 5 см^3. После этого объем раствора доливают водой до метки и перемешивают. Через промежуток времени от 15 до 20 мин измеряют оптическую плотность раствора, как в 7.9.3.3.

7.9.3.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю железа X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000}, \qquad (11)$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

100 — вместимость мерной колбы, см^3;

m — масса навески медного купороса, г;

V — объем аликвоты раствора, взятого для измерений, см^3;

1000 — переводный множитель миллиграммов в граммы.

7.9.4 Метод атомно-абсорбционной спектроскопии

7.9.4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрометр атомно-абсорбционный с пламенным атомизатором и источником излучения на железо;
- компрессор воздушный;
- весы специального класса точности — по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- колбы мерные 2-50-2; 2-100-2, 2-200-2, 2-250-2, 2-1000-2 — по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1-250 ТХС — по ГОСТ 25336;
- колбы Кн-2-250-19/26 ТХС — по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности — по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воздух, сжатый под давлением ($2 \cdot 10^5 - 6 \cdot 10^5$) Па;
- ацетилен — по ГОСТ 5457;
- пропан-бутан — по ГОСТ 20448;
- воду дистиллированную — по ГОСТ 6709;
- кислоту соляную — по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;
- кислоту азотную — по ГОСТ 4461;
- кислоту серную — по ГОСТ 4204, разбавленную 1:100;
- стандартный образец состава раствора ионов железа с массовой концентрацией 1,0 г/дм^3;
- железо — по ГОСТ 9849, раствор с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3.

7.9.4.2 Сущность метода

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансных линий железа при длине волны 248,3 нм после введения анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух. Переведение пробы в раствор осуществляют кислотной обработкой навески пробы.

7.9.4.3 Подготовка к выполнению измерений

Приготовление раствора железа массовой концентрации 0,1 мг/см^3 — по 7.9.3.3. При приготовлении раствора ионов железа с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 из СО в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 раствора ионов железа массовой концентрации 1,0 г/дм^3. Доливают до метки водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение 3 месяцев.

Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочного графика в четыре мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая помещают 1, 5, 10 и 20 см^3 раствора железа, что соответствует 0,1; 0,5, 1,0 и 2,0 мг железа, доливают водой до метки и перемешивают.

Для построения градуировочного графика градуировочные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух.

7.9.4.4 Проведение измерений

Навеску медного купороса массой 1,00 г помещают в мерную колбу вместимостью от 100 до 250 см^3, приливают воду или серную кислоту, разбавленную 1:100 (при массовой доле свободной серной кислоты в медном купоросе 0,1 %) до метки и перемешивают.

Анализируемый раствор вводят в пламя воздух-ацетилен или пропан-бутан-воздух атомно-абсорбционного спектрометра и измеряют абсорбции железа при длине волны 248,3 нм. Абсорбцию каждого раствора измеряют не менее двух раз и для расчета берут среднеарифметическое значение.

По найденному значению абсорбции анализируемого раствора за вычетом абсорбции раствора холостого опыта находят массовую концентрацию железа (мг/см^3).

7.9.4.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю железа X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000} = \frac{C \cdot V}{m \cdot 10}, \quad (12)$$

где C — массовая концентрация железа, найденная по градуировочному графику, с учетом величины холостого опыта, мг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески медного купороса, г.

7.9.5 Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3 — 7.6.

7.10 Метод измерений массовой доли свободной серной кислоты

7.10.1 Область применения

В настоящем пункте установлено измерение массовой доли свободной серной кислоты в диапазоне от 0,050 % до 0,30 %.

7.10.2 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли свободной серной кислоты соответствует характеристикам, приведенным в таблице 5 (при P = 0,95).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли свободной серной кислоты при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли свободной серной кислоты	Показатель точности измерений ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,050 до 0,100 включ.	0,015	0,010	0,021
Св. 0,10 » 0,30 »	0,03	0,02	0,04

7.10.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- весы специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- мензурки 50 (100) — по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-250-19/26 ТХС, Кн-2-500-19/26 ТХС — по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1-100 ТХС, В-1-1000 ТХС — по ГОСТ 25336;
- бюретки 1-1-2-25, 1-1-2-50 — по ГОСТ 29251;
- пипетки не ниже 2-го класса точности — по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную — по ГОСТ 6709;
- калий щавелевокислый — по ГОСТ 5868, раствор с молярной концентрацией 0,9 моль/дм^3;
- натрия гидроксид (натрия гидроокись) — по ГОСТ 4328, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3;
- спирт этиловый ректификованный технический — по ГОСТ 18300;
- кислоту серную — по ГОСТ 4204, раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм^3;
- феноловый красный (индикатор), спиртово-водный раствор, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3;
- бромтимоловый синий (индикатор), спиртово-водный раствор, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3;
- фильтры обеззоленные — по [15] или аналогичные.

7.10.4 Сущность метода

Метод основан на реакции нейтрализации анализируемого раствора, содержащего свободную серную кислоту, раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора.

7.10.5 Подготовка к выполнению измерений

7.10.5.1 При приготовлении раствора калия щавелевокислого с молярной концентрацией 0,9 моль/дм^3 навеску соли массой 166 г помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, приливают 900 см^3 воды, фильтруют через фильтр «белая лента», затем к фильтрату по каплям приливают серную кислоту, с молярной концентрацией 1 моль/дм^3, до нейтральной реакции по феноловому красному или по бромтимоловому синему (до желтой окраски раствора), доливают до метки водой и перемешивают.

7.10.5.2 При приготовлении спиртово-водного раствора индикатора фенолового красного 0,1 г индикатора помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 см^3 этилового спирта при слабом нагревании, доливают до метки водой.

При приготовлении спиртово-водного раствора индикатора бромтимолового синего 0,1 г индикатора помещают в мензурку вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 см^3 этилового спирта, доливают до метки водой.

7.10.5.3 Приготовление раствора гидроксида натрия с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 — по ГОСТ 25794.1.

7.10.5.4 Приготовление раствора серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм^3 — по ГОСТ 25794.1.

7.10.6 Выполнение измерений

Навеску медного купороса массой 2,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 (500) см^3, приливают от 100 до 200 см^3 воды, растворяют при перемешивании.

Затем приливают 30 см^3 раствора щавелевокислого калия с молярной концентрацией 0,9 моль/дм^3, 50 см^3 воды и 10 капель раствора индикатора (фенолового красного или бромтимолового синего). Если раствор приобретает зеленую или сине-зеленую окраску, то в анализируемом растворе присутствует свободная серная кислота. В этом случае титруют анализируемый раствор раствором гидроксида натрия с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 до перехода окраски в ярко-синюю.

В качестве раствора холостого опыта используют 30 см^3 раствора щавелевокислого калия с молярной концентрацией 0,9 моль/дм^3.

7.10.7 Обработка результатов измерений

Массовую долю свободной серной кислоты X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}00245 \cdot 100}{m}, \qquad (13)$$

где V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование холостого опыта, см^3;

0,00245 — масса серной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроксида натрия с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3, г;

m — масса навески медного купороса, г.

7.10.8 Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3 — 7.6.

7.11 Метод измерений массовой доли нерастворимого в воде остатка

7.11.1 Область применения

В настоящем пункте установлено измерение массовой доли нерастворимого в воде остатка в диапазоне от 0,020 % до 0,250 % гравиметрическим методом.

7.11.2 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли нерастворимого в воде остатка соответствует характеристикам, приведенным в таблице 6 (при P = 0,95).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 6.

Таблица 6 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли нерастворимого в воде остатка при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли нерастворимого в воде остатка	Показатель точности измерений ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,020 до 0,060 включ.	0,015	0,010	0,021
Св. 0,060 » 0,250 »	0,025	0,018	0,035

7.11.3 Сущность метода

Метод основан на измерении массовой доли нерастворимого в воде остатка гравиметрическим методом.

7.11.4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 1000 °С;
- шкаф сушильный лабораторный;
- весы специального класса точности — по ГОСТ 24104;
- колбы Кн-1-250-29/32 ТХС — по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1-250 ТХС — по ГОСТ 25336;
- воронки для фильтрования лабораторные — по ГОСТ 25336;
- тигли фарфоровые — по ГОСТ 9147;
- эксикатор 2-140 — по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности — по ГОСТ 29227;
- мензурки 50, 100 — по ГОСТ 1770.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную — по ГОСТ 6709;
- кислоту серную — по ГОСТ 4204, разбавленную 1:10;
- барий хлористый — по ГОСТ 4108, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3;
- бумагу индикаторную универсальную — по [16];
- фильтры обеззоленные — по [15] или аналогичные.

7.11.5 Выполнение измерений

Навеску медного купороса массой 10,0000 г помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 100 до 200 см^3 воды, растворяют при перемешивании.

pH раствора должен быть не более 2—3 (по универсальной индикаторной бумаге). Если pH = 4—5, к раствору приливают от 0,5 до 1,0 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:10.

Раствор фильтруют через фильтр «белая лента» и промывают осадок горячей водой до исчезновения в промывной воде сульфат-иона (проба с раствором хлористого бария).

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, осторожно озоляют, затем прокаливают в муфельной печи при температуре 600 °С в течение 30—40 мин. Тигель с прокаленным остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание остатка и взвешивание тигля повторяют до получения постоянной массы. Результаты взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

7.11.6 Обработка результатов измерений

Массовую долю нерастворимого в воде остатка X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \qquad (14)$$

где m_1 — масса тигля с остатком, г;

m_2 — масса тигля, г;

m — масса навески медного купороса, г.

7.11.7 Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3 — 7.6.

7.12 Измерение массовой доли мышьяка

7.12.1 Область применения

В настоящем пункте установлено измерение массовой доли мышьяка в диапазоне от 0,0005 % до 0,050 %.

7.12.2 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли мышьяка соответствует характеристикам, приведенным в таблице 7 (при P = 0,95).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 7.

Таблица 7 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли мышьяка при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли мышьяка	Показатель точности измерений ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0007	0,0005	0,0007
Св. 0,0010 » 0,0050 »	0,0012	0,0008	0,0017
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0022	0,0015	0,0028
» 0,0100 » 0,0300 »	0,0050	0,0030	0,0046
» 0,030 » 0,050 »	0,010	0,007	0,014

7.12.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотометр фотоэлектрический со всеми принадлежностями, обеспечивающие проведение измерений при длине волны от 650 до 680 нм;
- весы специального класса точности — по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- колбы мерные 2-50-2, 2-250-2; 2-500-2 — по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1-25-2; 3-25-2; 1-250-2, 3-250-2 — по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-250-19/26 ТХС, Кн-2-1000-19/26 ТХС — по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности — по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- стаканы В-1-50 ТХС, В-1-250 ТХС, В-1-400 ТХС, В-1—1000 ТХС — по ГОСТ 25336;
- воронки для фильтрования лабораторные — по ГОСТ 25336;
- баню водяную.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по — ГОСТ 6709;
- кислоту азотную — по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1;
- кислоту соляную — по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;
- аммиак водный — по ГОСТ 3760, разбавленный 1:50;
- железо (III) хлорид — по ГОСТ 4147 или железоаммонийные квасцы, раствор с массовой концентрацией 70 г/дм^3;
- аммоний молибденовокислый — по ГОСТ 3765, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3;
- гидразин сернокислый — по ГОСТ 5841, раствор с массовой концентрацией 4 г/дм^3;
- натрия гидроксид (натрия гидроокись) — по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3;
- мышьяковистый ангидрид — по ГОСТ 1973;
- спирт этиловый ректификованный технический — по ГОСТ 18300;
- кислоту серную — по ГОСТ 4204;
- натрий двууглекислый безводный — по ГОСТ 2156;
- фенолфталеин (индикатор) — по [17], спиртово-водный раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3;
- фильтры обеззоленные — по [15] или аналогичные;
- медь сернокислую — по ГОСТ 4165, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

7.12.4 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного раствора мышьяково-молибденовой сини, образованного мышьяково-молибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином в слабокислом растворе, при длине волны от 650 до 680 нм.

7.12.5 Подготовка к выполнению измерений

7.12.5.1 При приготовлении раствора аммония молибденовокислого с массовой концентрацией 20 г/дм^3 навеску соли массой 20 г помещают в стакан (колбу) вместимостью 1000 см^3, приливают 400 см^3 воды, приливают при перемешивании 270 см^3 серной кислоты, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

7.12.5.2 Для построения градуировочного графика готовят растворы мышьяка с известной концентрацией.

При приготовлении раствора А с массовой концентрацией мышьяка 0,2 мг/см^3 навеску мышьяковистого ангидрида массой 0,1320 г помещают в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют 2 — 3 см^3 раствора гидроксида натрия и растворяют при слабом нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают от 50 до 70 см^3 воды, 1 — 2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствор серной кислотой, до обесцвечивания раствора. Затем прибавляют 1 г двууглекислого натрия, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрацией мышьяка 0,02 мг/см^3 25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор пригоден для применения в течение 5 ч.

При приготовлении раствора В с массовой концентрацией мышьяка 0,002 мг/см^3 25 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор пригоден для применения в течение 5 ч.

7.12.5.3 Построение градуировочного графика

В девять стаканов (или колб) вместимостью 250 см^3 каждый помещают соответственно 0,0; 1; 2; 3 см^3 раствора В и 1, 2, 4, 8, 10 см^3 раствора Б, что соответствует 0,00; 0,002; 0,004; 0,006; 0,02; 0,04; 0,08; 0,16; 0,2 мг мышьяка, приливают от 80 до 100 см^3 воды, 10 см^3 раствора сернокислой меди, по 3,0 см^3 раствора хлорного железа или железоаммонийных квасцов и 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до температуры от 70 °С до 80 °С. Добавляют при перемешивании небольшими порциями аммиак до полного перехода меди в аммиачное комплексное соединение и осаждения мышьяка вместе с гидроксидом железа.

Раствор с осадком выдерживают на кипящей водяной бане до полной коагуляции осадка. Осадок фильтруют на фильтр «белая лента» и промывают фильтр с осадком три или четыре раза горячим раствором аммиака, разбавленным 1:50.

Осадок на фильтре растворяют в 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, собирая фильтрат в стакан или колбу, где проводили осаждение. Фильтр промывают три или четыре раза горячей водой и снова осаждают мышьяк вместе с гидроксидом железа аммиаком. Осадок фильтруют через тот же фильтр и промывают три или четыре раза горячим раствором аммиака, разбавленным 1:50.

Промытый осадок растворяют на фильтре в объеме от 5 до 7 $см^3$ горячего раствора молибденовокислого аммония и промывают фильтр в объеме от 30 до 35 $см^3$ горячей воды.

Фильтрат и промывную воду собирают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, прибавляют от 7 до 10 $см^3$ раствора сернокислого гидразина и нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 — 20 мин до образования окрашенного в голубой цвет соединения мышьяково-молибденовой сини.

Раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. По истечении 15 — 20 мин измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны (656 ± 5) нм или фотоэлектрическом фотометре со светофильтром, имеющем длину волны, соответствующую максимуму светопропускания от 650 от 680 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 20 или 50 мм (в зависимости от массовой доли мышьяка).

Раствором сравнения служит раствор холостого опыта (раствор с нулевой концентрацией мышьяка).

По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности от массы мышьяка.

7.12.6 Выполнение измерений

Навеску медного купороса массой 5,0000 г помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 250 (400) $см^3$, приливают от 100 до 120 $см^3$ воды, растворяют при перемешивании, прибавляют от 10 до 12 $см^3$ азотной кислоты. Раствор кипятят в течение 5 — 7 мин, затем охлаждают и помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвоту раствора (5 — 50) $см^3$ (в зависимости от массовой доли мышьяка) и помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$. Приливают 3 $см^3$ раствора хлорного железа или железоаммонийных квасцов, прибавляют от 100 до 150 $см^3$ воды и нагревают раствор до температуры от 70 до 80 °С.

Далее выполняют измерение по 7.12.5.

7.12.7 Обработка результатов измерений

Массовую долю мышьяка X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000}, \quad (15)$$

где m_1 — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем раствора в мерной колбе, $см^3$;

m — масса навески медного купороса, г;

V_1 — аликвота раствора, для проведения измерений, $см^3$.

7.12.8 Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3—7.6.

7.13 Измерение массовой доли свинца, цинка, кадмия, никеля, кальция и магния методом атомно-абсорбционной спектроскопии

7.13.1 Область применения

В настоящем пункте установлено измерение массовой доли свинца, цинка, кадмия, никеля, кальция и магния в диапазонах в соответствии с таблицей 8 методом атомно-абсорбционной спектроскопии.

Таблица 8 — Диапазоны измерений массовой доли свинца, цинка, кадмия, никеля, кальция и магния

В процентах

Компонент	Диапазон измерений
Свинец	От 0,005 до 0,02 включ.
Цинк	От 0,002 до 0,015 включ.
Кадмий	От 0,0005 до 0,002 включ.
Никель	От 0,003 до 0,006 включ.
Кальций	От 0,002 до 0,005 включ.
Магний	От 0,005 до 0,01 включ.

7.13.2 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли свинца, цинка, кадмия, никеля, кальция и магния соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 9 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 9.

Таблица 9 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли свинца, цинка, кадмия, никеля, кальция и магния при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Определяемый компонент	Диапазон измерений компонента	Показатель точности измерений ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
Свинец	От 0,0050 до 0,0100 включ Св. 0,010 » 0,020 »	0,0015 0,003	0,0010 0,002	0,0021 0,004
Цинк	От 0,0020 до 0,0050 включ Св. 0,0050 » 0,0150 »	0,0005 0,0008	0,0003 0,0006	0,0007 0,0011
Кадмий	От 0,00050 до 0,0010 включ. Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,00015 0,0003	0,0001 0,0002	0,00021 0,0004
Никель	От 0,0030 до 0,0060 включ.	0,0010	0,0006	0,0014
Кальций	От 0,0020 до 0,0050 включ.	0,0006	0,0004	0,0008
Магний	От 0,0050 до 0,0100 включ.	0,0010	0,0006	0,0014

7.13.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрометр атомно-абсорбционный с пламенным атомизатором и источниками излучения на свинец, цинк, кадмий, никель, кальций, магний;
- компрессор воздушный;
- весы специального класса точности — по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- колбы мерные 2-25-2,2-100-2, 2-200-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 — по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—250—19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности — по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- пробирки 2-10-0,2 ХС, 2-15-0,2 ХС — по ГОСТ 1770.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$ — $6 \cdot 10^5$ Па;
- ацетилен — по ГОСТ 5457;
- пропан-бутан — по ГОСТ 20448;
- воду дистиллированную — по ГОСТ 6709;
- кислоту соляную — по ГОСТ 3118, разбавленную 1:3, 1:100;
- кислоту азотную — по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1;
- свинец — по ГОСТ 3778;
- цинк — по ГОСТ 3640;
- кадмий — по ГОСТ 1467;
- никель — по ГОСТ 849;
- кальций углекислый — по ГОСТ 4530;
- магний металлический (стружка) марки не ниже Мг 95 — по ГОСТ 804;
- медь — по ГОСТ 859;
- стандартные образцы состава раствора ионов: свинца, сурьмы, цинка, кадмия, кальция, магния, мышьяка, железа и никеля с массовой концентрацией 1,0 г/дм^3 и 0,1 г/дм^3;
- лантана оксид или лантана хлорид, или лантана нитрат — по [18 — 20], раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3.

7.13.4 Сущность метода

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансных линий свинца, цинка, кадмия, никеля, кальция, магния при длинах волн, указанных в таблице 10, после введения анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух. Переведение пробы в раствор осуществляют кислотной обработкой навески пробы.

Таблица 10 — Длины волн

Измеряемый компонент	Длина волны, нм
Свинец	283,3
Цинк	213,9
Кадмий	228,8
Никель	232,0
Кальций	422,7
Магний	285,2

7.13.5 Подготовка к выполнению измерений

7.13.5.1 При приготовлении раствора оксида лантана с массовой концентрацией 20 г/дм^3 навеску оксида лантана массой 22,6 г (или 35,3 г хлористого лантана, или 67,4 г нитрата лантана) растворяют в объеме от 70 до 100 см^3 соляной кислоты при нагревании. Раствор охлаждают, разбавляют до 1000 см^3 водой и перемешивают.

7.13.5.2 Приготовление растворов с известной концентрацией из металлов

Приготовление растворов свинца

При приготовлении раствора свинца А с массовой концентрацией 1 мг/см^3 навеску свинца массой 0,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения навески. Раствор охлаждают, разбавляют водой и кипятят в течение 2 — 3 мин. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая помещают 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 раствора Б, что соответствует 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20 мг/дм^3 свинца, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

Приготовление растворов цинка

При приготовлении раствора цинка А с массовой концентрацией 1 мг/см^3 навеску цинка массой 0,2500 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до температуры от 40 °С до 50 °С. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

Для построения градуировочного графика в четыре мерные колбы вместимостью 200 см^3 каждая помещают 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 раствора Б, что соответствует 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 мг/дм^3 цинка, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

Приготовление растворов кадмия

При приготовлении раствора А кадмия с массовой концентрацией 1 мг/см^3 навеску кадмия массой 0,2000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают до объема от 2 до 3 см^3. Выпаривание повторяют еще два раза с 5 см^3 соляной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 4 см^3 соляной кислоты и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

При приготовлении раствора В массовой концентрации 0,01 мг/см^3 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^{3}доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

Для построения градуировочного графика в четыре мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая помещают 2,0; 5,0 раствора В; 1,0 и 2,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0,2; 0,5; 1,0 и 2,0 мг/дм^3 кадмия, доливают до метки водой и перемешивают.

Приготовление растворов никеля

При приготовлении раствора А никеля с массовой концентрацией 1 мг/см^3 навеску никеля массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 5 до 7 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

Для построения градуировочного графика в четыре мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая помещают 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 раствора Б, что соответствует 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мг/дм^3 никеля, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

Приготовление растворов кальция

При приготовлении раствора А кальция с массовой концентрацией 0,5 мг/см^3 навеску углекислого кальция массой 1,2490 г, предварительно высушенного при температуре (100 ± 5) °С в течение 50 — 60 мин, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая помещают 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 и 20,0 раствора Б, что соответствует 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 и 20,0 мг/дм^3 кальция, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, перемешивают и переливают в полиэтиленовую посуду.

Приготовление растворов магния

При приготовлении раствора А магния с массовой концентрацией 1 мг/см^3 навеску металлической стружки магния массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 1 до 2 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 раствора Б, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мг/дм^3 магния, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают.

При приготовлении растворов для построения градуировочных графиков допускается использовать стандартные образцы состава раствора ионов: свинца, цинка, кадмия, кальция, магния и никеля с массовой концентрацией 1,0 г/дм^3 и 0,1 г/дм^3. Способ приготовления растворов — в соответствии с 7.15.5.

7.13.5.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика градуировочные растворы свинца, цинка, кадмия и никеля распыляют в пламя воздух-ацетилен или пропан-бутан-воздух.

По оси абсцисс откладывают массовую концентрацию определяемого компонента в градуировочных растворах, выраженную в миллиграммах на сантиметр кубический, по оси ординат — соответствующие значения аналитических сигналов.

От градуировочных растворов кальция и магния отбирают аликвоты объемом 10 см^3 и прибавляют по 1 см^3 раствора лантана массовой концентрации 20 г/дм^3. Раствор лантана вводят перед измерением. Далее распыляют растворы кальция и магния в пламя воздух-ацетилен или пропан-бутан-воздух.

Условия выполнения измерений выбирают в соответствии с эксплуатационной документацией на спектрометр для достижения максимальной чувствительности и воспроизводимости.

Для построения градуировочного графика следует использовать не менее пяти точек, при этом каждую точку находят по среднеарифметическому двух или трех параллельных измерений.

По оси абсцисс откладывают массовую концентрацию определяемого компонента в градуировочных растворах, выраженную в миллиграммах на сантиметр кубический, по оси ординат — соответствующие значения аналитических сигналов.

7.13.6 Выполнение измерений

Навеску медного купороса массой 2,00 г помещают в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, растворяют в воде, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:100, и тщательно перемешивают.

Полученный раствор распыляют в пламя воздух-ацетилен или пропан-бутан-воздух.

Массовую концентрацию определяемого компонента находят по градуировочному графику. Одновременно проводят измерение растворов холостого опыта.

7.13.7 Обработка результатов измерений

Массовую долю компонента X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m \cdot 10}, \qquad (16)$$

где C — массовая концентрация компонента, найденная по градуировочному графику, мг/$см^3$;

V — объем раствора в мерной колбе, $см^3$;

m — масса навески медного купороса, г.

7.13.8 Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3 — 7.6.

7.14 Измерение массовой доли сурьмы

7.14.1 Область применения

Настоящий раздел устанавливает измерение массовой доли сурьмы в диапазоне от 0,003 % до 0,01 %.

7.14.2 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли сурьмы соответствует характеристикам, приведенным в таблице 11 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 11.

Таблица 11 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли сурьмы при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли сурьмы	Показатель точности измерений ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,0030 до 0,0050 включ.	0,0015	0,0010	0,0021
Св. 0,005 » 0,010 »	0,003	0,002	0,004

7.14.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотометр фотоэлектрический со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны от 660 до 680 нм;
- весы специального класса точности — по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- колбы мерные 2–50–2, 2–100–2; 2–1000–2 — по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2–250–19/26 ТХС — по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности — по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- стаканы В-1–100 ТХС, В-1–250 ТХС — по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1–250 ХС — по ГОСТ 25336;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную — по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную — по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1, 1:10;

- кислоту соляную — по ГОСТ 3118;
- кислоту серную — по ГОСТ 4204 и разбавленную 1:1; 1:9; 3:97;
- гидроксиламин солянокислый — по ГОСТ 5456, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3;
- медь — по ГОСТ 859;
- натрий сернокислый безводный — по ГОСТ 4166;
- толуол — по ГОСТ 5789, перегнанный;
- сурьму — по ГОСТ 1089;
- железо азотнокислое — по [21];
- кристаллический фиолетовый — по [22], раствор с массовой концентрацией 2 г/дм^3;
- фильтры обеззоленные — по [15] или аналогичные;
- церий сернокислый (окисный) раствор.

7.14.4 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного хлоридного комплекса сурьмы (V) с фиолетовым кристаллическим при длине волны от 610 до 620 нм. Предварительно сурьму окисляют до пятивалентного состояния сульфатом церия.

7.14.5 Подготовка к выполнению измерений

7.14.5.1 При приготовлении раствора азотнокислой меди с массовой концентрацией 10 мг/см^3 навеску меди массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Нагревают до кипения и кипятят до полного удаления оксида азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

7.14.5.2 При приготовлении раствора церия сернокислого (окисного) навеску соли массой 4,0 г (водной) или 3,3 г (безводной) помещают в стакан вместимостью 250 см^3 приливают от 20 до 25 см^3 серной кислоты, разбавленной 3:97, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки той же кислотой и перемешивают.

7.14.5.3 Для построения градуировочного графика готовят растворы сурьмы с известной концентрацией.

При приготовлении раствора А с массовой концентрацией сурьмы 0,1 мг/см^3 навеску сурьмы массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют при нагревании в 20 см^3 серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

При приготовлении раствора Б с массовой концентрацией сурьмы 0,01 мг/см^3 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

При приготовлении раствора В с массовой концентрацией сурьмы 0,002 мг/см^3 20 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

7.14.5.4 Построение градуировочного графика

В пять стаканов вместимостью 100 см^3 каждый приливают по 2 см^3 раствора азотнокислой меди, 2 см^3 азотнокислого железа, 3 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления густых паров азотной кислоты. Стаканы охлаждают и приливают в них соответственно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора В. Растворы выпаривают почти досуха, охлаждают, приливают по 10 см^3 соляной кислоты, нагревают до кипения, охлаждают и оставляют на промежуток от 5 до 10 мин при температуре от 40 °С до 50 °С. Затем растворы охлаждают, приливают по 3 см^3 воды, по 10 капель при перемешивании раствора сернокислого церия. Через 1 мин добавляют 3 капли раствора солянокислого гидроксиламина, переносят растворы в делительные воронки вместимостью 250 см^3 и разбавляют водой до 75 см^3. К раствору в делительной воронке прибавляют при перемешивании 20 капель кристаллического фиолетового, затем 20 см^3 толуола и встряхивают содержимое воронки в течение 1 мин. После расслоения толуольный слой отделяют, обезвоживают добавлением 1 г сернокислого натрия. Через 10 мин отфильтровывают от осадка соли, измеряют оптическую плотность растворов при длине волны от 610 до 620 нм (в зависимости от типа прибора) в кювете толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности от массы сурьмы.

7.14.6 Выполнение измерений

Навеску медного купороса массой 1,00 г помещают в колбу вместимостью 250 см^3, смачивают водой, приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают до полного удаления оксидов азота. Стекло снимают, обмывают его над колбой и выпаривают раствор до объема от 5 до 7 см^3.

Раствор охлаждают, приливают 15 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. После этого колбу охлаждают, стенки колбы обмывают водой

и снова выпаривают раствор до влажных солей. Остаток охлаждают, приливают 30 см^3 соляной кислоты, нагревают до кипения и оставляют на 5 мин при температуре от 40 °С до 50 °С. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу 50 (100) см^3, доливают до метки соляной кислоты и перемешивают.

Отбирают пипеткой аликвоту раствора 10 см^3 в стакан вместимостью 100 см^3 и далее продолжают, как указано в 7.14.5.4.

В качестве раствора сравнения используют раствор холостого опыта.

Массу сурьмы в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

7.14.7 Обработка результатов измерений

Массовую долю сурьмы X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000}, \quad (17)$$

где m_1 — масса сурьмы, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески медного купороса, г.

7.14.8 Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3 — 7.6.

7.15 Спектральный эмиссионный метод с индуктивно связанной плазмой измерений массовой доли свинца, сурьмы, цинка, кадмия, кальция, магния, мышьяка, железа и никеля

7.15.1 Область применения

В настоящем разделе установлен спектральный эмиссионный метод с индуктивно связанной плазмой измерений массовой доли свинца, сурьмы, цинка, кадмия, кальция, магния, мышьяка, железа и никеля в медном купоросе в диапазонах, представленных в таблице 12.

Таблица 12 — Диапазоны измерений массовой доли свинца, сурьмы, цинка, кадмия, кальция, магния, мышьяка, железа и никеля

В процентах

Компонент	Диапазон измерений
Свинец	От 0,0020 до 0,020 включ.
Сурьма	От 0,0020 до 0,0100 включ.
Цинк	От 0,0050 до 0,045 включ.
Кадмий	От 0,0005 до 0,0015 включ.
Кальций	От 0,0020 до 0,0080 включ.
Магний	От 0,0020 до 0,0080 включ.
Мышьяк	От 0,0010 до 0,030 включ.
Железо	От 0,010 до 0,100 включ.
Никель	От 0,10 до 0,50 включ.

7.15.2 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли свинца, сурьмы, цинка, кадмия, кальция, магния, мышьяка, железа и никеля в медном купоросе соответствует характеристикам, приведенным в таблице 13 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 13.

Таблица 13 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли свинца, сурьмы, цинка, кадмия, кальция, магния, мышьяка, железа и никеля в медном купоросе при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Определяемый компонент	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности, ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости, $r(n=2)$	воспроизводимости, R
Свинец	От 0,0020 до 0,0060 включ.	0,0013	0,0010	0,0017
	Св. 0,0060 » 0,0120 »	0,0018	0,0014	0,0024

Окончание таблицы 13

Определяемый компонент	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности, ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости, r (n=2)	воспроизводимости, R
Свинец	Св. 0,012 до 0,020 включ.	0,003	0,002	0,003
Сурьма	От 0,0020 до 0,0100 включ.	0,0011	0,0008	0,0017
Цинк	От 0,0050 до 0,0140 включ.	0,0020	0,0015	0,0027
	Св. 0,014 » 0,030 »	0,003	0,002	0,004
	» 0,030 » 0,045 »	0,004	0,003	0,005
Кадмий	От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0002	0,0002	0,0004
Кальций	От 0,0020 до 0,0080 включ.	0,0012	0,0008	0,0017
Магний	От 0,0020 до 0,0080 включ.	0,0012	0,0010	0,0016
Мышьяк	От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0005	0,0004	0,0006
	Св. 0,0030 » 0,0100 »	0,0010	0,0009	0,0012
	» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,004	0,005
Железо	От 0,010 до 0,030 включ.	0,005	0,004	0,007
	Св. 0,030 » 0,100	0,010	0,009	0,014
Никель	От 0,10 до 0,20 включ.	0,04	0,03	0,06
	Св.0,20 » 0,50 »	0,05	0,05	0,07

7.15.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения со всеми принадлежностями;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы специального класса точности — по ГОСТ 24104 с дискретностью 0,0001 г;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2 — по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-100-13/23ТХС, Кн-2-250-13/23ТХС — по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности — по ГОСТ 29227;
- мензурки 50 — по ГОСТ 1770;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную — по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную — по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1;
- кислоту соляную — по ГОСТ 3118, разбавленную 1:5 и 1:19;
- аргон газообразный — по ГОСТ 10157;
- стандартные образцы состава раствора ионов: свинца, сурьмы, цинка, кадмия, кальция, магния, мышьяка, железа и никеля с массовой концентрацией 1,0 г/дм^3 и 0,1 г/дм^3.

Примечания

1 Допускается применение иных средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативной документации, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений приведенных в методике измерений.

7.15.4 Метод измерений

Метод основан на измерении интенсивности спектральных линий определяемых компонентов при возбуждении атомов раствора пробы в индуктивно связанной плазме.

7.15.5 Подготовка к выполнению измерений

7.15.5.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

7.15.5.2 Приготовление растворов с известной концентрацией

При приготовлении раствора ионов никеля с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора ионов никеля с массовой концентрацией 1,0 г/дм^3. Доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают. Раствор устойчив в течение 3 месяцев.

При приготовлении раствора ионов свинца, цинка, кальция, магния и сурьмы с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают по 10 см^3 растворов ионов свинца, цинка, кальция, магния и сурьмы массовой концентрации 1,0 мг/см^3. Доливают до метки водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение 3 месяцев.

При приготовлении раствора ионов свинца, цинка, кальция, магния и сурьмы с массовой концентрацией 0,01 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 раствора ионов свинца, цинка, кальция, магния и сурьмы с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3. Доливают до метки водой и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

При приготовлении раствора ионов кадмия с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 раствора ионов кадмия с массовой концентрацией 1,0 г/дм^3. Доливают до метки водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение 3 месяцев.

При приготовлении раствора ионов кадмия с массовой концентрацией 0,01 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 раствора ионов кадмия с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3. Доливают до метки водой и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

При приготовлении раствора ионов мышьяка с массовой концентрацией 0,01 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 раствора ионов мышьяка с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3. Доливают до метки водой и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

При приготовлении раствора ионов железа с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 раствора ионов железа с массовой концентрацией 1,0 г/дм^3. Доливают до метки водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение 3 месяцев.

При приготовлении раствора ионов меди с массовой концентрацией 100 мг/см^3 в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску меди массой 10,0000 г, приливают 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и выдерживают на горячей плите до полного растворения, часовое стекло и стенки колбы обмывают водой. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение одного года.

7.15.5.3 Приготовление градуировочных растворов

Для приготовления градуировочных растворов в мерные колбы, вместимостью 100 см^3 каждая, последовательно помещают аликвоты растворов с известной концентрацией, согласно таблице 14, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают. В качестве фонового раствора используют раствор меди с массовой концентрацией 10000 мкг/см^3.

7.15.5.4 В соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра запускают рабочую программу и выполняют не менее двух измерений аналитического сигнала нулевого раствора, затем соответствующего градуировочного раствора.

Рассчитывают градуировочные характеристики.

Примечание — Определение градуировочных характеристик, обработку и хранение результатов градуировки проводят с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

Контроль стабильности градуировочных характеристик проводят с применением градуировочных растворов. Градуировочные характеристики признают стабильными, если отклонение полученного результата от установленного содержания компонента в градуировочном растворе не превышает 10 % относительных.

Таблица 14 — Параметры для приготовления градуировочных растворов

Наименование компонента	Обозначение и массовая концентрация градуировочных растворов, объем и массовая концентрация растворов известной концентрации														
	1			2			3			4			5		
	C	V	C_1	C	V	C_1	C	V	C_1	C	V	C_1	C	V	C_1
Сурьма Свинец Цинк Кальций Магний	0,01	5,0	0,5	0,1	1,0	1,0	0,1	3,0	3,0	0,1	10,0	10,0	0,1	1,5	1,5

Окончание таблицы 14

Наименование компонента	Обозначение и массовая концентрация градуировочных растворов, объем и массовая концентрация растворов известной концентрации														
	1			2			3			4			5		
	C	V	C_1	C	V	C_1	C	V	C_1	C	V	C_1	C	V	C_1
Кадмий	0,01	2,0	0,2	0,01	5,0	0,5	0,1	1,0	1,0	0,1	3,0	3,0	0,01	6,0	0,6
Мышьяк	0,01	4,0	0,4	0,1	1,5	1,5	0,1	5,0	5,0	0,1	15,0	15,0	0,1	3,0	3,0
Железо	0,1	2,0	2,0	0,1	5,0	5,0	1,0	1,5	15,0	1,0	4,0	40,0	1,0	1,0	10,0
Никель	1,0	2,0	20,0	1,0	4,0	40,0	1,0	10,0	100,0	1,0	15,0	150,0	1,0	5,0	50,0
Медь	C = 100, V = 10, C_1 = 10000														

Примечания

1 C — массовая концентрация раствора известной концентрации, мг/см^3; V — объем аликвоты раствора известной концентрации, см^3; C_1 — массовая концентрация определяемого компонента, мкг/см^3.

2 Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой, однородности анализируемого материала и т.д.

3 Раствор 1 применяют свежеприготовленным, растворы 2 и 5 устойчивы в течение 7 дней, растворы 3 и 4 устойчивы в течение 30 дней.

Параметры режима измерений приведены в таблице 15.

Таблица 15 — Параметры режима измерений

Параметры режима измерений, единицы измерений	Значение
Мощность плазмы, кВт	1,4
Расход охлаждающего потока, дм^3/мин	12,00
Расход вспомогательного потока, дм^3/мин	1,00
Расход распылительного потока, дм^3/мин	1,00
Скорость перистальтического насоса, ед.	2
Время интегрирования сигнала, с	3

Примечания

1 Измерение аналитического сигнала на пике с динамической коррекцией фона.

2 Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой и т.д.

7.15.5.5 Измерение интенсивности аналитических спектральных линий определяемых компонентов проводят при длинах волн, указанных в таблице 16, для достижения оптимальных значений по чувствительности и точности определения компонентов.

Таблица 16 — Длины волн

Наименование определяемого компонента	Длина волны, нм	Наименование определяемого компонента	Длина волны, нм
Сурьма	206,833	Кадмий	214,438
Свинец	220,351	Мышьяк	189,042
Цинк	206,200	Железо	259,940 239,562
Кальций	317,933	Никель	231,604
Магний	280,270	—	—

Примечание — Допускается применение других длин волн при условии обеспечения требуемых метрологических характеристик.

7.15.6 Выполнение измерений

7.15.6.1 Одновременно через все стадии подготовки проб к измерению проводят холостой опыт на чистоту реактивов.

7.15.6.2 Массовую долю компонентов определяют параллельно в двух навесках.

7.15.6.3 Навеску медного купороса массой от 3,9990 до 4,0010 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

7.15.6.4 Выполнение измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

7.15.7 Обработка результатов измерений

7.15.7.1 Результаты измерений массовой концентрации определяемого компонента в пробе автоматически выводятся на экран монитора.

7.15.7.2 Массовую долю определяемого компонента X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot V}{m \cdot 10000}, \qquad (18)$$

где A — массовая концентрация компонента в пробе, полученная по графику, мкг/$см^3$;

V — объем раствора, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

7.15.8 Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3 — 7.6.

7.16 Измерение массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектроскопии

7.16.1 Область применения

Настоящий раздел устанавливает измерение массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектроскопии в диапазоне от 0,00008 % до 0,00025 %.

7.16.2 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли ртути соответствует характеристикам, приведенным в таблице 17 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 17.

Таблица 17 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли ртути при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли ртути	Показатель точности измерений ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,00008 до 0,00025 включ.	0,00006	0,00006	0,00008

7.16.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- анализатор ртути (РА-915+) с приставкой (РП-91 С) или другой атомно-абсорбционный анализатор ртути;
- весы специального класса точности — по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2–100–2 — по ГОСТ 1770;
- дозатор пипеточный одноканальный, обеспечивающий объем дозирования от 50 до 10 мкл;
- пипетки не ниже 2-го класса точности — по ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную — по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную — по ГОСТ 4461, разбавленную 1:100;
- стандартный образец состава раствора ионов ртути с массовой концентрацией 1,0 г/$дм^3$.

7.16.4 Сущность метода

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансного излучения свободными атомами ртути, образующимися при термической деструкции пробы. Связь величины поглощения с массовой долей ртути устанавливают с помощью градуировочного графика.

7.16.5 Подготовка к выполнению измерений

7.16.5.1 При приготовлении раствора ионов ртути с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора ионов ртути с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3. Доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают. Раствор устойчив в течение месяца.

При приготовлении раствора ионов ртути с массовой концентрацией 10 мкг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора ионов ртути с массовой концентрацией 100 мкг/см^3. Доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

При приготовлении раствора ионов ртути с массовой концентрацией 1,0 мкг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора ионов ртути с массовой концентрацией 10 мкг/см^3. Доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:100, и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

7.16.5.2 Приготовление градуировочных растворов

Для приготовлении градуировочных растворов ионов ртути в ряд мерных колб, вместимостью 100 см^3 каждая, последовательно помещают аликвоты растворов ионов ртути с массовой концентрацией 100, 10, 1 мкг/см^3, доливают до метки азотной кислоты, разбавленной 1:100, и перемешивают. Массовые концентрации и объемы растворов, применяемых при приготовлении градуировочных растворов, приведены в таблице 18.

Т а б л и ц а 18 — Параметры для приготовления градуировочных растворов

Наименование определяемого компонента	Обозначение и массовая концентрация градуировочных растворов, объем и массовая концентрация основных растворов								
	C	V	C_1	C	V	C_1	C	V	C_1
Ртуть	1,0	5,0	0,05	10,0	1,0	0,1	10,0	2,0	0,2

Примечания

1 C — массовая концентрация основного раствора, мкг/см^3;

2 V — объем аликвотной части основного раствора, см^3;

3 C_1 — массовая концентрация в градуировочном растворе, мкг/см^3.

Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

7.16.5.3 Подготовку анализатора к работе осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора.

Градуировку анализатора проводят при создании метода с использованием градуировочных растворов. Аликвоту градуировочного раствора объемом 50 мкл, отобранную при помощи дозатора пипеточного, помещают в лодочку анализатора и проводят измерение величины поглощения резонансного излучения свободными атомами ртути.

Строят зависимость величины поглощения резонансного излучения свободными атомами ртути от концентрации ртути в соответствии с программным обеспечением анализатора.

В дальнейшей работе выполняют контроль стабильности градуировочных характеристик с применением градуировочного раствора с массовой концентрацией ртути 0,5 мкг/см^3 с каждой серией проб. Градуировочные характеристики признают стабильными, если отклонение полученного результата от установленного содержания компонента в градуировочном растворе не превышает 20 % относительных.

В случае превышения норматива выполняют повторную градуировку анализатора.

7.16.6 Выполнение измерений

7.16.6.1 Массовую долю ртути определяют параллельно в двух навесках.

7.16.6.2 Одновременно через все стадии измерений проводят холостой опыт.

7.16.6.3 Навеску медного купороса массой от 0,025 до 0,030 г помещают в лодочку анализатора.

7.16.6.4 Выполнение измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора.

7.16.7 Обработка результатов измерений

Результаты измерений массовой концентрации ртути в пробе автоматически выводятся на экран монитора.

7.16.8 Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3 — 7.6.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Медный купорос транспортируют:

- железнодорожным транспортом в соответствии с правилами безопасности при перевозке опасных грузов с учетом требований технических условий размещения и крепления грузов в вагонах и контейнерах, ГОСТ 22235;
- автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозок опасных грузов, действующими на автомобильном транспорте;
- водным транспортом — с размещением контейнеров на палубе или в беспалубных судах.

Продукт, упакованный в специализированные металлические контейнеры, транспортируют по железной дороге в полувагонах или автомобильным транспортом.

Транспортирование упакованного продукта осуществляют мелкими или повагонными отправками.

Медный купорос, упакованный в мешки, ящики из гофрированного картона, картонно-навивные барабаны, перевозят водным транспортом — в закрытых трюмах.

8.2 Медный купорос, упакованный в бочки, барабаны, ящики и мешки, транспортируют пакетами, массой не более 1,25 т. При пакетировании должны использоваться плоские деревянные поддоны — по ГОСТ 9557 или ящичные поддоны — по ГОСТ 9570, или плоские поддоны — по ГОСТ 9078, или поддоны одноразового использования — по ГОСТ 26381. Полипропиленовые мягкие специализированные контейнеры устанавливают на поддоны по ГОСТ 9078 и/или специализированные поддоны по нормативной документации, согласованной и утвержденной в установленном порядке. На дно поддона укладывают картон по ГОСТ 6659.

Основные параметры и размеры пакетов — по ГОСТ 24597. По согласованию с потребителем допускается устанавливать другие размеры пакетов, при максимальном использовании грузоподъемности или вместимости транспортных средств и складских помещений.

На каждый пакет привязывают или приклеивают картонный или бумажный, или фанерный ярлык с транспортной маркировкой по 3.7.4.

8.3 Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение медного купороса, отправляемого в районы Крайнего Севера и труднодоступные районы, — по ГОСТ 15846.

8.4 Медный купорос, упакованный в бочки, барабаны, ящики, мешки и полипропиленовые мягкие специализированные контейнеры типа «big-bag» хранят в крытых складских помещениях, упакованный в контейнеры — на открытых площадках грузоотправителя (грузополучателя).

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие медного купороса требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения медного купороса — 2 года со дня изготовления продукта.

Библиография

[1]	ТУ 2297-149-00194429-2009	Мешки полиэтиленовые
[2]	ТУ 2297-007-21701787-2006	Контейнеры мягкие специализированные из полипропиленовой ткани
[3]	ТУ 2297-005-40394291-02	Контейнеры мягкие специализированные четырехстропные ленточные из полипропиленовой ткани для сыпучих продуктов
[4]	ТУ 2297-099-002097281-01	Контейнеры мягкие специализированные четырехстропные ленточные из полипропиленовой ткани для сыпучих продуктов
[5]	ТУ 2297-255-002097281-07	Контейнеры мягкие специализированные из полипропиленовой ткани
[6]	ТУ 2297-001-37945273-2012	Контейнеры мягкие специализированные из полипропиленовой ткани
[7]	Гигиенические нормативы ГН 2.2.5.1313—2003*	Химические факторы производственной среды. Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
[8]	Свод правил СП 44.13330.2011	СНиП 2.09.04-87 Административные и бытовые здания. Актуализированная редакция
[9]	Санитарные нормы и правила СанПиН 2.1.6.1032-01	Гигиенические требования к обеспечению качества атмосферного воздуха населенных мест
[10]	Гигиенические нормативы ГН 2.1.5.1315-2003	Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования
[11]	Перечень рыбохозяйственных нормативов: предельно допустимых концентраций (ПДК) и ориентировочно безопасных уровней воздействия (ОБУВ) вредных веществ для воды, водных объектов, имеющих рыбохозяйственное значение, от 28.04.99 г., ВНИИВО, Москва	
[12]	Методические указания МУ 2-1.7.730-99	Гигиеническая оценка качества почвы населенных пунктов
[13]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 60—2003	Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
[14]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76−2004*	Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа
[15]	ТУ 264221-001-05015242-07	Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)
[16]	ТУ 6-09-1181-89	Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1−10 и 7−14
[17]	ТУ 6-09-5360-88	Фенолфталеин
[18]	ТУ 48-4-523-90	Окиси редкоземельных металлов: лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия
[19]	ТУ 6-09-4773-84	Хлориды иттрия и редкоземельных элементов (лантана, празеодима, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция, неодима, самария)
[20]	ТУ 6-09-4770-79	Карбонаты иттрия и редкоземельных элементов (соли углекислые иттрия и редкоземельных элементов) химически чистый, чистый
[21]	ТУ 07510508-87-94	Железо (III) азотнокислое 9-водное
[22]	ТУ 6-09-4119-75	Кристаллический фиолетовый («N,N,N,N,N,N»−гексаметилпарарозанилин хлористый) квалификации «чистый для анализа»

* Действуют РМГ 76—2014.

УДК 661.856.532:006.354 ОКС 71.060.50

Ключевые слова: медный купорос, физико-химические показатели, результаты измерений, средства измерений, показатели точности, упаковка, маркировка, транспортирование

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 01.11.2019. Подписано в печать 11.11.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 4,65. Уч.-изд. л. 4,32.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru