МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31411— 2009

ПЕРРЕНАТ АММОНИЯ

Технические условия

Издание официальное

БЗ 3—2009/85

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 373 «Цветные металлы и сплавы», Федеральным государственным унитарным предприятием «Государственный научно-исследовательский институт цветных металлов (ФГУП «Институт «ГИНЦВЕТМЕТ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 40 от 26 ноября 2009 г.)

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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 1265-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31411—2009 «Перренат аммония. Технические условия» введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2011 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2010

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 Термины, определения и обозначения 4
4 Технические требования 5
5 Требования безопасности 7
6 Требования охраны окружающей среды 8
7 Правила приемки 8
8 Методы контроля 8
9 Транспортирование и хранение 33
10 Гарантии изготовителя 34
Приложение А (справочное) Исходные данные для расчета погрешностей приготовления аттестованных смесей 35
Библиография 36

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЕРРЕНАТ АММОНИЯ

Технические условия

Ammonium perrenat. Specifications

Дата введения — 2011—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на перренат аммония (аммоний рениевокислый), предназначенный для получения металлического рения.

Формула NH_4ReO_4.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 268,24.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010—90 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений*

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.395—80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.016—79 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.030—81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.009—76 Система стандартов безопасности труда. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.019—80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.

Издание официальное

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 17.2.3.01—86 Охрана природы. Атмосфера. Правила контроля качества воздуха населенных пунктов

ГОСТ 17.2.3.02—78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 859—2001 Медь. Марки

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2991—85 Ящики дощатые неразборные для грузов массой до 500 кг. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3772—74 Реактивы. Аммоний фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 3885—73 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4109—79 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4331—78 Реактивы. Никеля окись черная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4526—75 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 5530—2004 Ткани упаковочные и технического назначения из лубяных волокон. Общие технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1—2003 Точность (правильность и презиционность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения*

ГОСТ ИСО 5725-4—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений**

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

ГОСТ 5905—2004 (ИСО 10387:1994) Хром металлический. Технические требования и условия поставки

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002.

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

ГОСТ 6008—90 Марганец металлический и марганец азотированный. Технические условия
ГОСТ 6259—75 Реактивы. Глицерин. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 8136—85 Оксид алюминия активный. Технические условия
ГОСТ 8677—76 Реактивы. Кальций оксид. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9428—73 Реактивы. Кремний (IV) оксид. Технические условия
ГОСТ 9557—87 Поддон плоский деревянный размером 800 × 1200 мм. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия
ГОСТ 11069—2001 Алюминий первичный. Марки
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 13610—79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия
ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 16539—79 Реактивы. Меди (II) оксид. Технические условия
ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия
ГОСТ 17811—78 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 18573—86 Ящики деревянные для продукции химической промышленности. Технические условия
ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка
ГОСТ 19658—81 Кремний монокристаллический в слитках. Технические условия
ГОСТ 20448—90 Газы углеводородные сжиженные топливные для коммунально-бытового потребления. Технические условия
ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия
ГОСТ 21650—76 Средства скрепления товарно-штучных грузов в транспортных пакетах. Общие требования
ГОСТ 22861—93 Свинец высокой чистоты. Технические условия
ГОСТ 23463—79 Графит порошковый особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 24597—81 Пакеты товарно-штучных грузов. Основные параметры и размеры
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 26663—85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования. Общие технические требования
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания
ГОСТ 29229—91 (ИСО 835-3—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29252—91 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания
ГОСТ 29253—91 (ИСО 385-3—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года,

и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и обозначения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ ИСО 5725-1 и [3], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **анализ пробы:** Совокупность последовательных регламентированных операций для установления массовой доли определяемого элемента (компонента) в пробе;

3.1.2 **результат измерений (анализа):** Значение массовой доли определяемого элемента (компонента) в пробе, полученное экспериментально-расчетным путем с учетом сравнительных значений (градуировочных зависимостей), выраженное в узаконенных единицах.

3.1.3 **точность:** Степень близости результатов измерений (анализа) к принятому опорному значению.

3.1.4 **принятое опорное значение:** Значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения. Примером опорного значения может служить аттестованное значение стандартного образца.

3.1.5 **правильность:** Степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (анализа), к принятому опорному значению.

3.1.6 **прецизионность:** Степень близости друг к другу независимых результатов измерений (анализа), полученных в конкретных регламентированных условиях.

3.1.7 **воспроизводимость:** Прецизионность в условиях воспроизводимости.

3.1.8 **условия воспроизводимости:** Условия, при которых результаты измерений (анализа) получают одним и тем же методом, на идентичных объектах испытаний, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования.

3.1.9 **повторяемость:** Прецизионность в условиях повторяемости.

3.1.10 **условия повторяемости:** Условия, при которых независимые результаты измерений (анализа) получаются одним и тем же методом, на идентичных объектах испытаний, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени.

3.1.11 **предел повторяемости:** Значение, которое с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не превышается абсолютной величиной разности результатов измерений X_{max} и X_{min}, полученных в условиях повторяемости. При $n > 2$ это соответствует значению критического диапазона по ГОСТ ИСО 5725-6.

3.1.12 **предел промежуточной прецизионности:** Значение, которое с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не превышается абсолютной величиной разности результатов двух измерений X_{max} и X_{min}, полученных в условиях промежуточной воспроизводимости.

3.1.13 **предел воспроизводимости:** Значение, которое с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не превышается абсолютной величиной разности результатов двух измерений X_{max} и X_{min}, полученных в условиях воспроизводимости.

3.1.14 **стандартное (среднеквадратическое) отклонение повторяемости:** Стандартное (среднеквадратическое) отклонение результатов измерений (анализа), полученных в условиях повторяемости.

3.1.15 **стандартное (среднеквадратическое) отклонение промежуточной прецизионности:** Стандартное (среднеквадратическое) отклонение результатов измерений (анализа), полученных в условиях промежуточной прецизионности.

3.1.16 **стандартное (среднеквадратическое) отклонение воспроизводимости:** Стандартное (среднеквадратическое) отклонение результатов измерений (анализа), полученных в условиях воспроизводимости.

3.1.17 **предел абсолютной погрешности результатов измерений (анализа)*:** Граница интервала, в котором погрешность результатов измерений (анализа) находится с доверительной вероятностью $P = 0,95$.

---

* Соответствует значению расширенной неопределенности. Расширенная неопределенность U — величина, определяемая интервалом вокруг математического ожидания результатов измерений (анализа), охватывающих большую долю распределения значений, которые обоснованно могут быть приписаны измеряемой величине.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие обозначения:
n — число параллельных определений;
N — число результатов измерений (анализа), получаемых в пределах одной лаборатории;
C — массовая концентрация элемента в растворе;
$C_{ат}$ — аттестованное значение;
$CR_{0,95}(n)$ — критический диапазон для доверительной вероятности $P = 0,95$;
m — масса навески пробы;
R_w — предел промежуточной прецизионности;
X — массовая доля элемента в пробе;
S_r — оценка стандартного (среднеквадратического) отклонения повторяемости;
S_W — оценка стандартного (среднеквадратического) отклонения промежуточной прецизионности;
S_R — оценка стандартного (среднеквадратического) отклонения воспроизводимости;
K — норматив контроля;
V — объем раствора;
$\pm\Delta$ — предел абсолютной погрешности результатов измерений (анализа).

4 Технические требования

4.1 Перренат аммония должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

Химический состав должен соответствовать нормам, указанным в таблице 1.

По согласованию изготовителя с потребителем в зависимости от исходного сырья и технологической схемы получения допускается устанавливать другие значения массовых долей нормируемых примесей при условии соответствия массовой доли рения в перренате аммония требованиям, установленным в таблице 1.

Таблица 1 — Химический состав перрената аммония

В процентах

Марка перрената аммония	Код ОКП	Химический состав							
		рения, не менее в пересчете на сухой продукт	Примеси, не более						
			алюминия	железа	калия	кальция	кремния	магния	марганца
АР-00	1766220001	69,3	0,0005	0,0005	0,001	0,001	0,001	0,0002	0,0001
АР-0	1766220002	69,1	0,0005	0,0005	0,005	0,001	0,001	0,0002	0,0001
АР-1	1766220003	69,0	0,002	0,001	0,01	0,003	0,002	0,002	0,002

Окончание таблицы 1

В процентах

Марка перрената аммония	Код ОКП	Химический состав						
		рения, не менее в пересчете на сухой продукт	Примеси, не более					
			меди	молибдена	натрия	никеля	серы	фосфора
АР-00	1766220001	69,3	0,00005	0,0005	0,0005	0,0002	0,002	0,001
АР-0	1766220002	69,1	0,0001	0,0005	0,001	0,0002	0,002	0,001
АР-1	1766220003	69,0	0,001	0,01	0,002	0,002	0,005	0,001

Примечание — Сухой продукт — перренат аммония, высушенный при температуре 105 °С — 110 °С до постоянной массы.

4.2 Массовая доля влаги не нормируется, но определяется в каждой партии.

4.3 Примеси: мышьяк, висмут, хром, цинк, свинец, кадмий, кобальт, олово, титан, сурьму определяют в каждой партии перрената аммония всех марок, но не нормируют. Диапазон определения этих примесей представлен в таблице 2.

Таблица 2 — Диапазон определения ненормируемых примесей в перренате аммония

В процентах

Примеси	Диапазон определения
Мышьяк	0,0005 — 0,01
Висмут	0,0005 — 0,01
Хром	0,001 — 0,01
Цинк	0,0001 — 0,05
Свинец	0,0001 — 0,005
Кадмий	0,0001 — 0,005
Кобальт	0,0002 — 0,002
Олово	0,0001 — 0,0005
Титан	0,0005 — 0,01
Сурьма	0,0005 — 0,01

4.4 Перренат аммония всех марок не должен содержать видимых посторонних включений.

4.5 По цвету перренат аммония визуально представляет собой кристаллический порошок белого цвета, с возможным серым или желтоватым оттенком.

4.6 Установленные по 4.1 и 4.2 значения показателей качества перрената аммония всех марок в каждой единице упаковки не должны отличаться от средних значений соответствующих показателей качества перрената аммония в партии больше, чем на плюс или минус 10 % при доверительной вероятности P, равной 0,95.

4.7 Маркировка

4.7.1 Маркировку каждой упаковки товара наносят на бумажную этикетку и прочно закрепляют. В маркировке на упаковке должна быть указана страна-производитель, наименование продукта, марка продукта, номер партии, номер места упаковки, масса нетто, масса брутто, дата выпуска, обозначение настоящего стандарта и срок хранения.

4.7.2 В случае длительного хранения, маркировку необходимо выполнить несмываемой краской.

4.7.3 Транспортная маркировка груза — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков: № 11 «Верх», № 3 «Беречь от влаги».

Маркировка в виде бумажного ярлыка наносится на каждый ящик (тару) и должна включать в себя:

- наименование продукта;
- номер контракта по которому производится отгрузка;
- место ящика;
- адрес получателя;
- пункт назначения;
- адрес уведомляемой стороны;
- адрес изготовителя;
- дата выпуска;
- масса брутто;
- масса нетто.

4.7.4 Маркировка товара согласно ГОСТ 3885 должна быть выполнена на государственном языке производителя, русском и английском языках.

4.8 Упаковка

4.8.1 Перренат аммония должен быть упакован в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811. Мешки должны быть запаяны или прочно завязаны и вложены в мешки из упаковочной ткани № 5 или № 6 по ГОСТ 5530, или из другого вида ткани по нормативной документации, утвержденной в установленном порядке. Допускается упаковка перрената аммония в пластиковую тару или другую модернизированную

тару. Мешки, пластиковая или любая другая упаковка должны быть плотно закрыты и помещены в плотные деревянные ящики по ГОСТ 18573 или ГОСТ 2991 или тару, выполненную из другого легкого материала. Масса нетто продукта в ящике не должна превышать 25 кг, при этом допускается масса свыше 25 кг, но не более 50 кг по соглашению с потребителем.

При поставке на длительное хранение масса нетто в каждом ящике должна быть определена по соглашению сторон.

4.8.2 В последний ящик каждой партии должен быть вложен паспорт с указанием:

- наименования или товарного знака предприятия-изготовителя;
- наименования продукта и его марки;
- результатов анализа химического состава;
- номера партии и номера места;
- количества мест в партии;
- массы нетто;
- даты выпуска;
- обозначения настоящего стандарта.

5 Требования безопасности

5.1 В соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007 по степени воздействия на организм человека перренат аммония относят к веществам третьего класса опасности.

5.2 Перренат аммония негорюч, пожаровзрывобезопасен.

5.3 Производственные помещения (включая помещения для проведения химических анализов перрената аммония) должны быть оборудованы общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией согласно ГОСТ 12.4.021, а в местах выделения вредных веществ должны быть оборудованы местные отсосы от производственного оборудования.

5.4 При погрузочно-разгрузочных работах должны соблюдаться требования по ГОСТ 12.3.009.

5.5 Контроль содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует осуществлять в соответствии с ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.016 и санитарными правилами, утвержденными в установленном порядке.

5.6 Перренат аммония представляет собой кристаллы, являющиеся солью рениевой кислоты, в которой в связанном состоянии содержатся примеси: алюминий, железо, калий, кальций, кремний, магний, марганец, медь, молибден, натрий, никель, сера, фосфор, мышьяк, висмут, хром, цинк, свинец, кадмий, кобальт, олово, титан, сурьма. Согласно ГОСТ 12.1.005, примеси относятся к веществам, массовые доли которых контролируются в процессе производства.

5.7 Производственные помещения (включая помещение для проведения химических анализов) должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, правил электробезопасности — по ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.3.019 и оборудованы средствами пожаротушения (вода, кварцевый песок, негорящая ткань, пенные углекислотные огнетушители), которые следует применять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.009 в зависимости от источника возникновения и характера пожара.

5.8 Применяемые при проведении работ с перренатом аммония приборы и электрооборудование должны быть снабжены устройствами для заземления, соответствующими требованиям ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.1.030, а источники возбуждения спектра иметь защитные экраны по ГОСТ 12.1.019.

5.9 Методики выполнения измерений массовых долей вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны отвечать требованиям ГОСТ 8.010, ГОСТ 12.1.016 и обеспечивать единство, требуемую точность и достоверность результатов измерений.

5.10 Персонал, занятый в производстве перрената аммония и проведении анализов, должен проходить медицинские осмотры в соответствии с порядком и сроками проведения, предварительные (при поступлении на работу) и периодические инструктажи по безопасности и охране труда в соответствии с требованиями ГОСТ 12.0.004 и действующих на предприятии правил безопасности и инструкции по безопасности и охране труда.

5.11 Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты.

5.12 Средства индивидуальной защиты необходимо использовать в соответствии с действующим на предприятии нормативным документом о порядке выдачи, хранения и использования специальной одежды, специальной обуви и других предохранительных средств. Средства индивидуальной защиты должны храниться в специально отведенных шкафах; вынос их и пребывание в них вне территории предприятия запрещен.

5.13 Персонал, занятый на производстве, переработке перрената аммония и выполнении анализов, должен быть обеспечен бытовыми помещениями согласно санитарным нормам и правилам для производственных процессов.

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

6 Требования охраны окружающей среды

6.1 Перренат аммония в воздушной и водной среде токсичных соединений не образует.

6.2 Основными видами и путями воздействия перрената аммония на окружающую среду могут быть загрязнения воздуха, водоемов и почв в результате нарушения правил производства, хранения или транспортирования, чрезвычайных ситуаций, что приводит к изменению санитарного режима окружающего воздуха, водных объектов и деградации почв.

6.3 С целью охраны атмосферного воздуха от загрязнения должно быть обеспечено выполнение требований по ГОСТ 17.2.3.01 и ГОСТ 17.2.3.02 и гигиенических требований к обеспечению качества атмосферного воздуха населенных мест.

6.4 При фактах просыпания в процессе производства или при затаривании, перренат аммония повторно используется в технологическом процессе его получения.

7 Правила приемки

7.1 Перренат аммония принимают партиями. Масса партии определяется контрактом по согласованию изготовителя с потребителем. Партия должна состоять из продукта одной марки, полученного в результате одного технологического цикла, и оформлена одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

- наименование и товарный знак предприятия-изготовителя;
- наименование и марку продукта;
- номер партии;
- число мест в партии;
- массу нетто и брутто;
- результаты проведенных анализов;
- дату изготовления;
- обозначение настоящего стандарта.

7.2 Каждая партия перрената аммония подвергается приемо-сдаточным испытаниям на соответствие требованиям, указанным в 4.1, проводимым службой технического контроля предприятия-изготовителя. Для контроля качества перрената аммония отбирается объединенная проба от каждой партии.

7.3 Определение массовой доли рения, примесей и влаги изготовитель проводит для каждой партии.

7.4 Наличие посторонних включений проверяют в каждой единице упаковки.

7.5 Потребитель при входном контроле имеет право определять марку продукта на основании результатов анализа пробы, отобранной от одной единицы упаковки. Отбор проб и анализ должны быть выполнены в соответствии с разделом 8.

7.6 Партия продукции считается принятой в случае ее соответствия всем требованиям настоящего стандарта.

7.7 При получении неудовлетворительных результатов анализа перрената аммония хотя бы по одному из показателей, указанных в 4.1, проводят повторные испытания на удвоенном количестве пробы, отобранной от той же партии. Полученные результаты анализа распространяют на всю партию.

8 Методы контроля

8.1 Отбор и подготовка проб

8.1.1 Отбор и подготовка объединенной пробы — по ГОСТ 3885.

8.1.2 Для составления объединенной пробы из каждой единицы упаковки следует отобрать щупом три точечные пробы согласно ГОСТ 3885. При отборе точечных проб щуп следует погружать на всю глубину единицы упаковки в трех разных точках.

Все точечные пробы объединяют и тщательно перемешивают. Полученный объем объединенной пробы сокращают способом квартования, тщательно перемешивают, разравнивают в диск, разделяют на квадраты и отбирают три готовые пробы, одну из которых — лабораторную, массой 75 г, используют для проведения химического анализа, две другие хранят в качестве контрольной и арбитражной проб.

8.1.3 Пробы должны быть упакованы в чистые сухие полиэтиленовые мешочки, помещены в стеклянные банки с плотной крышкой (или полиэтиленовую посуду с плотной крышкой), на банках должны быть наклеены этикетки с указанием номера партии, даты отбора и фамилии лица, отобравшего пробу. Допускается хранение проб в полиэтиленовых мешочках. Мешочки должны быть плотно запаяны.

8.1.4 Лабораторную пробу передают для проведения анализа. Контрольную и арбитражную пробы хранят в условиях, обеспечивающих сохранность качества продукции, и вскрывают непосредственно перед анализом.

Срок хранения контрольной и арбитражной проб — шесть месяцев после отгрузки.

Допускается по согласованию с потребителем сокращать срок хранения контрольной пробы до трех месяцев.

8.2 Общие требования

При выполнении анализа на рабочем месте должны соблюдаться климатические условия по ГОСТ 8.395.

К выполнению анализов допускаются лица, прошедшие обучение и практическую подготовку, и, имеющие требуемую квалификацию.

Применяемые при анализах средства аналитического контроля должны проходить процедуру официального узаконения в соответствии с требованиями ГОСТ 8.010.

Массовые доли рения устанавливают по результатам трех параллельных определений, массовые доли остальных элементов — по двум результатам параллельных определений.

Титр растворов должен быть установлен и рассчитан не менее, чем по трем навескам исходного вещества. Титр выражают в граммах вещества на 1 см^3 раствора (г/см^3) и рассчитывают до четвертой значащей цифры.

При взвешивании проб используют весы лабораторные по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания $\pm$ 0,0002 г.

При фотометрических определениях применяют кюветы с необходимой толщиной поглощающего свет слоя.

При определениях методом атомной абсорбции длины волн, состав пламени, восстановительное или окислительное действие пламени и другие условия анализа выбирают так, чтобы достигнуть оптимальных значений по чувствительности и точности определения для соответствующего элемента.

При определении методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой длину волны, мощность плазмы, расход аргона, высоту регистрируемой зоны плазмы и другие условия выбирают так, чтобы достигнуть оптимальных результатов по чувствительности и точности определения элемента.

При проведении анализа проб проводят контрольный опыт для внесения поправки в результаты анализа на чистоту реактивов.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов, кроме указанных в конкретных методиках, при условии получения метрологических характеристик, не уступающих приведенным в настоящем стандарте.

При проведении анализа применяют стеклянную посуду лабораторную мерную, которая должна быть не ниже 2-го класса точности и соответствовать ГОСТ 25336, ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29229.

Для приготовления основных растворов и аттестованных смесей применяют металлы с содержанием основного вещества не менее 99,9 %, соединения элементов, квалификации не ниже ч. д. а. или в соответствии с требованиями методики проведения анализа.

Приготовление аттестованных смесей проводят согласно рекомендации [1].

Характеристики погрешности δ_0 приготовления аттестованных смесей рассчитывают по формуле

$$\delta_0 = \sqrt{[\Sigma(\Delta M_i/M_i)^2 + \Sigma(\Delta m_i/m_i)^2 + \Sigma(\Delta V_i/V_i)^2]}, \quad (1)$$

где M_i — массовая доля основного вещества (реактива), %;

ΔM_i — характеристика погрешности определения массовой доли основного вещества, %;

m_i — навеска реактива, г;

Δm_i — характеристика погрешности аналитических весов, г;

V_i — номинальная вместимость используемой мерной посуды, см^3;

ΔV_i — характеристика погрешности дозирования объема.

Аттестованная смесь по метрологическому назначению выполняет функции стандартного образца (СО) состава вещества.

Основные растворы и градуировочные образцы (аттестованные смеси) необходимо хранить при комнатной температуре в плотно закрытых полиэтиленовых банках или в колбах с пришлифованными пробками. На емкостях со стандартными растворами должны быть этикетки, на которых указывают: наименование, аттестованное значение, дату приготовления и срок годности согласно ГОСТ 4212. Сроки хранения растворов должны быть указаны в методике.

8.2.1 Требования к проведению анализа

8.2.1.1 Градуировочную характеристику получают с использованием градуировочных образцов. В качестве градуировочных образцов могут быть использованы стандартные образцы или аттестованные растворы по рекомендации [1].

Градуировочный график строят в системе прямоугольных координат, по оси абсцисс откладывают числовые значения массовой концентрации или массы элемента, а по оси ординат значения аналитического сигнала.

Для построения градуировочного графика по рекомендации [2] требуется не менее пяти градуировочных образцов, охватывающих весь диапазон определяемых массовых долей элементов. Для каждого из них вычисляют значение аналитического сигнала как среднеарифметическое трех результатов параллельных определений.

8.2.1.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$|X - C| \le K_{гр}, \qquad (2)$$

где X — воспроизведенное по градуировочной характеристике аттестованное значение массы, массовой концентрации определяемого компонента в градуировочном образце;

C — аттестованное значение массы, массовой концентрации определяемого компонента в градуировочном образце;

$K_{гр}$ — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики. Значения норматива контроля стабильности градуировочной характеристики приводят в тексте документа на метод анализа.

Значения $K_{гр}$ не должны превышать $0{,}5\Delta$ (погрешности анализа).

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят с использованием градуировочных образцов с массой, массовой концентрацией определяемого компонента вблизи нижней, верхней границ и середины диапазона построения градуировочного графика.

При невыполнении условия для одного градуировочного образца эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия строят новую градуировочную характеристику.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при смене партий реактивов, аппаратуры.

Периодичность контроля стабильности градуировочной характеристики определяют индивидуально для каждого метода анализа в зависимости от частоты анализа рабочих проб в лаборатории.

8.2.2 Приемлемость результатов параллельных определений проверяют в соответствии с международным стандартом ГОСТ ИСО 5725-6 и путем сопоставления абсолютного расхождения между наибольшим и наименьшим результатами единичного определения с пределом повторяемости r.

$$r = Q(P, n)\, s_r, \qquad (3)$$

где $Q(P, n)$ — коэффициент, зависящий от числа n параллельных определений, полученных в условиях повторяемости и доверительной вероятности $P = 0{,}95$, значения этого коэффициента приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Значения коэффициента $Q(P, n)$

n	2	3	4	5
$Q(P, n)$	2,77	3,31	3,63	3,86

Если абсолютное расхождение не превышает r, результаты параллельных определений признают приемлемыми и за окончательный результат измерений (анализа) принимают среднеарифметическое значение этих результатов.

Если абсолютное расхождение превышает r, используют методы проверки приемлемости результатов измерений (анализа) в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6.

8.2.3 Контроль стабильности результатов анализа

Контроль стабильности результатов измерений (анализа) в пределах лаборатории организуют и проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6. Периодичность получения результатов контрольных процедур и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации методов контроля стабильности результатов измерений (анализа) в пределах лаборатории.

8.2.3.1 Проверка совместимости результатов параллельных определений

При проверке повторяемости абсолютное значение разности двух (n = 2) результатов параллельных определения X_1 и X_2 не должно превышать значения предела повторяемости r, то есть с доверительной вероятностью P = 0,95 должно выполняться условие

$$|X_1 - X_2| \le r. \quad (4)$$

При невыполнении условия (4) процедуру проверки совместимости результатов измерений (анализа) повторяют, при повторном невыполнении условия (4), выясняют и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

8.2.3.2 Проверка совместимости результатов измерений (анализа) в условиях промежуточной прецизионности и воспроизводимости.

При проверке результатов в условиях промежуточной прецизионности (с изменяющимися факторами оператора и времени) разность двух результатов измерений (анализа) одной и той же пробы, полученная в разное время, разными операторами, с использованием одного и того же оборудования, в одной лаборатории, не должна превышать предел промежуточной прецизионности

$$R_W = 2{,}77 S_W. \quad (5)$$

При проверке результатов в условиях воспроизводимости разность результатов измерений (анализа) одной и той же пробы, полученная разными операторами в разные дни, в двух лабораториях, не должна превышать предел воспроизводимости

$$R = 2{,}77 S_R. \quad (6)$$

При невыполнении этих условий анализы прекращают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

8.2.3.3 Контроль правильности

Контроль правильности результатов измерений (анализа) проводят путем анализа контрольных образцов. В качестве контрольных образцов могут быть использованы образцы, не применяемые для градуировки. Абсолютное значение разности результатов измерений (анализа) контрольного образца X и аттестованного значения $C_{ат}$ не должно превышать норматива контроля K, то есть с доверительной вероятностью P = 0,95 должно выполняться условие

$$|X - C_{ат}| \le K. \quad (7)$$

При невыполнении условия (7) измерения (анализ) повторяют. При повторном несоответствии полученных результатов этому соотношению выполнение измерений (анализа) прекращают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

8.2.3.4 Контроль процедуры выполнения измерений (анализа) с применением метода добавок по ГОСТ ИСО 5725-1 проводят путем сравнения результатов контрольного анализа K_K с нормативным K.

За результаты контрольных измерений (анализа) принимают среднеарифметическое результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превосходит предела повторяемости.

Результат контрольной процедуры K_K рассчитывают по формуле

$$K_K = \overline{X'} - \overline{X} - C_0, \quad (8)$$

где $\overline{X}$ — результат контрольного определения содержания определяемого элемента в рабочей пробе;

$\overline{X'}$ — в рабочей пробе с введенной добавкой.

Величина добавки C_0 должна удовлетворять условию:

$$C_0 > \Delta_{л,\bar{X}} + \Delta_{л(\bar{X}+C_0)}. \quad (9)$$

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,\bar{X}'} + \Delta^2_{л,\bar{X}}}, \quad (10)$$

где $\pm\Delta_{л,\bar{X}'}$ ($\pm\Delta_{л,\bar{X}}$) — характеристика погрешности результатов измерений (анализа), соответствующая массовой доле определяемого элемента в пробе с добавкой (рабочей пробе соответственно).

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_K| \le K, \quad (11)$$

процедуру измерений (анализа) признают удовлетворительной.

В качестве приписанной характеристики погрешности устанавливают предел абсолютной погрешности результатов измерений (анализа) $\pm\Delta$.

Для оценки систематической погрешности методов в качестве опорных используют аттестованные значения массовых долей элементов в стандартных образцах.

Систематическая погрешность методик определения массовых долей элементов нижеприведенными методами определения является незначимой при доверительной вероятности $P = 0,95$ для всех уровней определяемых массовых долей элементов в перренате аммония.

Контроль повторяемости параллельных определений и промежуточной прецизионности результатов измерений (анализа) проводят при смене реактивов, замене аппаратуры, но не реже одного раза в месяц.

8.2.3.5 Контроль стабильности результатов измерений (анализа) в пределах лаборатории необходимо осуществлять путем проверки прецизионности и правильности, поддерживая эти показатели на требуемом уровне в течение длительного времени.

Контроль стабильности показателей промежуточной прецизионности и правильности проводят с использованием контрольных карт Шухарта по ГОСТ ИСО 5725-6, [4], [5].

В качестве образцов для контроля стабильности показателей правильности могут быть использованы межгосударственные стандартные образцы (МСО), стандартные образцы (СО) фирмы КОМЕТ, а также стандартные образцы (СО), прошедшие официальный порядок узаконения на территории страны, применяющей данный стандарт.

Периодичность контроля — при смене реактивов, специалистов, замене аппаратуры, изменении других условий выполнения анализа, о чем указывают в документах лаборатории.

8.3 Метод определения массовой доли влаги

8.3.1 Сущность метода

Гравиметрический метод определения массовой доли влаги заключается в высушивании навески пробы перрената аммония до постоянной массы при температуре 105 °С — 110 °С.

Метод позволяет определять массовую долю влаги в пределах от 0,020 % до 1,000 %.

8.3.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания ± 0,0002 г.

Шкаф сушильный лабораторный.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный оксидом кальция или хлоридом кальция. Оксид кальция по ГОСТ 8677, предварительно прокаленный при температуре 970 °С — 1050 °С.

Хлорид кальция по техническим условиям [6].

Бюксы с крышкой по ГОСТ 25336.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

8.3.3 Проведение анализа

Взвешивают подготовленный для анализа пустой бюкс, закрытый крышкой.

Помещают в этот бюкс навеску перрената аммония массой 5,000 г. Закрывают бюкс крышкой и ставят в сушильный шкаф.

Приоткрывают крышку бюкса и доводят температуру сушильного шкафа до 105 °С — 110 °С, высушивание навески перрената аммония продолжают 1—1,5 ч. Достают бюкс из шкафа, закрывают крышкой, переносят в эксикатор и после охлаждения взвешивают. Высушивание навески в бюксе и взвешивание его повторяют до постоянной массы.

8.3.4 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю влаги X, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (12)$$

где m_1 — масса бюкса с навеской до высушивания, г;

m_2 — масса бюкса с навеской после высушивания, г;

m — масса навески перрената аммония, г.

Проверяют приемлемость полученных результатов параллельных определений по 8.2.3.

Пределы абсолютной погрешности, стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, пределы повторяемости, промежуточной прецизионности и воспроизводимости приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Метрологические характеристики методики гравиметрического определения влаги

В процентах

Массовая доля влаги	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Предел повторяемости r	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Предел воспроизводимости R	Предел промежуточной прецизионности R_W	Предел абсолютной погрешности $\pm\Delta$
От 0,020 до 0,040 включ.	0,001	0,003	0,002	0,006	0,004	0,004
Св. 0,040 » 0,080 »	0,003	0,010	0,007	0,020	0,020	0,014
» 0,080 » 0,120 »	0,007	0,020	0,010	0,030	0,030	0,020

8.3.5 Контроль точности результатов анализа проводят по 8.2.4.1 и 8.2.4.2.

8.3.6 Контроль правильности результатов анализа проводят по 8.2.4.3.

8.4 Методы определения рения

8.4.1 Титриметрический метод

Сущность метода заключается в окислительно-восстановительном титровании ионов рения (VII) раствором двухлористого олова в солянокислой среде. Массовую долю рения устанавливают параллельно в трех навесках. Метод распространяется на массовые доли рения от 0,05 % до 70 % рения.

8.4.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания ± 0,0002 г.

Колбы конические Кн-1-250-24/29 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227.

Пипетки градуированные без установленного времени ожидания по ГОСТ 29228.

Пипетки градуированные с временем ожидания по ГОСТ 29229.

Бюретки по ГОСТ 29251.

Бюретки без установленного времени ожидания по ГОСТ 29252.

Бюретки с временем ожидания 15 с по ГОСТ 29253.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 8 моль/дм^3;

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Индигокармин, раствор 2,5 г/дм^3 в смеси спирта с водой в соотношении 1:1.

Стандартный образец состава перрената аммония АР-001-2005, разработанный согласно ГОСТ 8.315.

Олово двухлористое [7] и раствор, приготовленный следующим образом: навеску соли массой 1,25 г помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты 8 моль/дм^3, перемешивают. Используют свежеприготовленный раствор, который устойчив в течение 30 мин. Массовую концентрацию этого раствора устанавливают по стандартному образцу перрената аммония следующим образом: навеску стандартного образца массой 0,50 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 20—25 см^3 горячей воды, растворяют перренат аммония, после охлаждения доводят водой до метки, тщательно перемешивают. Отбирают аликвотную часть раствора 20—25 см^3, переносят ее в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 20—25 см^3 соляной кислоты 8 моль/дм^3, 10 капель раствора индигокармина, перемешивают и титруют раствором двухлористого олова до перехода окраски раствора от синей к желто-зеленой.

Титр раствора T рассчитывают по формуле

$$T = \frac{m\ X_1\ V_1}{100\ V\ V_2}, \quad (13)$$

где X_1 — массовая доля рения в стандартном образце, %;

V — объем раствора двухлористого олова, израсходованного на титрование, см^3;

m — масса навески стандартного образца, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора стандартного образца, отбираемый на титрование, см^3;

V_2 — вместимость мерной колбы, в которой растворяют навеску стандартного образца, см^3.

Среднеарифметическое трех определений титра принимают за окончательный результат. Рассчитанные значения округляют до четвертой значащей цифры после запятой.

8.4.1.2 Проведение анализа

Навеску перрената аммония массой 0,500 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 30 — 40 см^3 горячей воды, перемешивают до растворения и после охлаждения доводят водой до метки, тщательно перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 10 см^3, переносят ее в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 концентрированной соляной кислоты, 10 капель раствора индигокармина, перемешивают и титруют раствором двухлористого олова до перехода окраски от синей к желто-зеленой.

8.4.1.3 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю рения в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{TV100V_2}{mV_1}, \quad (14)$$

где T — титр раствора двухлористого олова по рению, г/см^3;

V — объем раствора двухлористого олова, израсходованного на титрование, см^3;

V_1 — аликвотная часть раствора, см^3;

V_2 — вместимость мерной колбы, в которую помещают навеску, см^3;

m — масса навески перрената аммония, г.

Значения погрешности определения рения и установления титра должны удовлетворять неравенству

$$\frac{S_r \cdot t_{0,95}}{T\sqrt{n}} \le \frac{\Delta}{X}, \quad (15)$$

где S_r — оценка стандартного отклонения повторяемости результатов титрования, г/см^3;

$t_{0,95}$ — коэффициент Стьюдента при доверительной вероятности P = 0,95;

T — титр раствора, г/см^3;

n — количество определений титра раствора;

Δ — значение предела абсолютной погрешности определения рения;

X — соответствующая массовая доля рения.

Приемлемость результатов параллельных определений проверяют по 8.2.3.

Систематическая погрешность методики определения массовых долей рения в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-4 незначима при P = 0,95 на всех уровнях определяемых массовых долей рения.

Предел абсолютной погрешности, стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, пределы повторяемости, промежуточной прецизионности и воспроизводимости приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Метрологические характеристики методики определения рения $n = N = 3$

В процентах

Массовая доля рения	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Предел повторяемости r при $n = 3$	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Предел воспроизводимости R	Предел промежуточной прецизионности CR_w при $N = 3$	Предел абсолютной погрешности $\pm\Delta$ при $N = 3$
От 68,00 до 69,43 включ.	0,12	0,40	0,15	0,42	0,42	0,30
Примечание — CR_w — критический диапазон для $N = 3$.						

8.4.1.4 Контроль точности результатов анализа по 8.2.4.

8.4.1.5 Контроль правильности результатов анализа по 8.2.4.3.

8.4.2 Метод дифференциальной фотометрии

Метод основан на измерении оптической плотности бесцветного раствора перрената аммония в ультрафиолетовой области спектра при длине волны 230 нм. Метод позволяет определять рений в диапазоне массовых долей от 10 % до 70 %.

8.4.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

Спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания ± 0,0002 г.

Стандартный образец предприятия на перренат аммония с установленной массовой долей рения и примесей в нем АР-001-2005.

Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29228.

Пипетки градуированные без установленного времени ожидания по ГОСТ 29228.

Пипетки градуированные со временем ожидания 15 с по ГОСТ 29229.

Бюретки по ГОСТ 29251.

Бюретки без установленного времени ожидания по ГОСТ 29252.

Бюретки с временем ожидания 30 с по ГОСТ 29253.

Колбы мерные вместимостью 100 и 250 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Водяная баня.

Приготовление основного раствора рения с массовой концентрацией 1 $мг/см^3$.

Навеску стандартного образца перрената аммония массой 0,1445 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 30—50 $см^3$ горячей воды, растворяют навеску на водяной бане, после охлаждения доводят водой до метки, затем перемешивают.

8.4.2.2 Проведение анализа

Навеску перрената аммония массой 0,500 г помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 50—70 $см^3$ горячей воды и перемешивают до растворения навески.

Раствор охлаждают и водой доводят до метки, затем перемешивают.

Отбирают аликвотную часть 5 $см^3$, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят водой до метки, затем перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 230 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Раствором сравнения служит раствор, содержащий 6 мг рения в 100 $см^3$ воды.

Массу рения определяют по градуировочному графику.

Построение градуировочного графика. В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ помещают 6,0; 6,5; 7,0; 7,5; 8,0; 8,5 и 9,0 $см^3$ основного раствора рения, доводят водой до метки, затем перемешивают. В качестве «нулевого» раствора используют воду.

Измеряют оптическую плотность каждого из растворов, начиная со второго, используя в качестве раствора сравнения первый раствор, содержащий 6 мг рения в 100 $см^3$ воды. По полученным данным строят градуировочный график.

8.4.2.3 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю рения X, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000} = \frac{m_1 V}{m V_1 10}, \qquad (16)$$

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

V — вместимость мерной колбы, $см^3$;

V_1 — объем аликвотной части раствора, $см^3$;

m — масса навески перрената аммония, г.

Приемлемость результатов параллельных определений проверяют по 8.2.3.

Систематическая погрешность методики определения массовых долей рения методом дифференциальной спектрофотометрии в соответствии с требованиями по ГОСТ ИСО 5725-4 незначима при $P = 0,95$ на всех уровнях определяемых массовых долей рения.

Значения характеристики погрешности, стандартных отклонений повторяемости и вопроизводимости, пределов повторяемости, промежуточной прецизионности и воспроизводимости приведены в таблице 5.

Метрологические характеристики спектрофотометрического определения рения должны соответствовать нормативам, приведенным в таблице 5.

8.4.2.4 Контроль точности результатов анализа по 8.2.4.

8.4.2.5 Контроль правильности результатов анализа по 8.2.4.3.

8.5 Нефелометрический метод определения серы

Метод основан на измерении интенсивности помутнения раствора при образовании суспензии сульфата бария. В качестве стабилизатора суспензии используют глицерин. Определяемые массовые доли серы от 0,0010 % до 0,0050 %.

8.5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания ± 0,0002 г.

Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227.

Пипетки градуированные без установленного времени ожидания по ГОСТ 29228.

Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с по ГОСТ 29229.

Бюретки по ГОСТ 29251.

Бюретки без установленного времени ожидания по ГОСТ 29252.

Бюретки с временем ожидания 30 с по ГОСТ 29253.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, раствор 1 моль/дм^3.

Натрия хлорид по ГОСТ 4233, раствор 100 г/дм^3.

Бария хлорид 2-водный по ГОСТ 4108, раствор 100 г/дм^3.

Натрия сульфат по ГОСТ 4166, высушенный до постоянной массы при температуре (100 ± 10) °С.

Глицерин по ГОСТ 6259, раствор 100 г/дм^3.

Бром по ГОСТ 4109.

Бромная вода: к дистиллированной воде прибавить по каплям бром, постоянно перемешивая, до появления не растворившейся капли брома на дне посуды.

Основные растворы серы.

Раствор А. Навеску сульфата натрия массой 0,4431 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят водой до метки. 1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг серы. Раствор устойчив в течение одного года.

Раствор Б. 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг серы. Раствор пригоден для применения в течение 2-х суток.

8.5.2 Проведение анализа

8.5.2.1 Навеску перрената аммония массой 1,000 г помещают в кварцевую чашку вместимостью 20—50 см^3, приливают 8—10 см^3 воды и три капли бромной воды. Нагревают до растворения навески и обесцвечивания раствора, упаривают до объема 5—7 см^3.

Охлаждают, в случае появления взвеси отфильтровывают через плотный фильтр (синяя лента) и промывают 2 — 3 раза минимальным объемом воды. Фильтр с осадком отбрасывают. Объем фильтрата не должен превышать 10 см^3. Помещают фильтрат в мерную колбу вместимостью 25 см^3, приливают 0,5—1 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см^3 раствора глицерина и 3—3,5 см^3 раствора хлорида бария, разбавляют водой до метки, перемешивают.

Через 30 — 40 мин измеряют оптическую плотность (интенсивность помутнения) раствора на спектрофотометре при длине волны 326 нм или фотоэлектроколориметре со светофильтром, при длине волны, с максимумом светопропускания при 326 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм. Раствором сравнения служит вода. Массу серы определяют по градуировочному графику.

8.5.2.2 Построение градуировочного графика.

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 помещают 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 см^3 раствора Б. Далее поступают как указано в 7.5.3.1, и по полученным данным строят график в прямоугольных координатах.

8.5.2.3 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю серы X, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 100}{m\,1000} = \frac{m_1}{m\,10}, \qquad (17)$$

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

m — масса навески перрената аммония, г.

8.5.3 Приемлемость результатов параллельных определений проверяют по 8.2.3.

8.5.4 Систематическая погрешность методики определения массовых долей серы нефелометрическим методом в соответствии с требованиями по ГОСТ ИСО 5725-4 незначима при $P = 0,95$ на всех уровнях определяемых массовых долей серы.

Пределы абсолютной погрешности, стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, пределы повторяемости, промежуточной прецизионности и воспроизводимости приведены в таблице 6.

Таблица 6 — Метрологические характеристики нефелометрического определения серы в перренате аммония

В процентах

Массовая доля серы	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Предел повторяемости r	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Предел воспроизводимости R	Предел промежуточной прецизионности R_W	Предел абсолютной погрешности $\pm \Delta$
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0001	0,0003	0,0002	0,0006	0,0005	0,0004
Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0002	0,0006	0,0004	0,0011	0,0010	0,0008

8.5.5 Контроль точности результатов анализа по 8.2.4.

8.5.6 Контроль правильности результатов анализа по 8.2.4.3.

8.6 Фотометрический метод определения фосфора

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного фосфорномолибденового комплекса при длине волны в диапазоне 670 — 730 нм. Метод позволяет определять фосфор в диапазоне массовых долей от 0,0005 % до 0,5000 %.

8.6.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа.

Весы лабораторные аналитические по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания ± 0,0002 г.

Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227.

Пипетки градуированные без установленного времени ожидания по ГОСТ 29228.

Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с по ГОСТ 29229.

Бюретки по ГОСТ 29251.

Бюретки без установленного времени ожидания по ГОСТ 29252.

Бюретки с временем ожидания 30 с по ГОСТ 29253.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:9.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:5.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, свежеприготовленный раствор 50 г/дм^3.

Калия перманганат по ГОСТ 20490, раствор 20 г/дм^3.

Натрия нитрит по ГОСТ 4197, раствор 50 г/дм^3.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор 20 г/дм^3.

Калий сурьмяновиннокислый по [8], свежеприготовленный раствор 3 г/дм^3.

Смесь реактивов: к 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:5, приливают 15 см^3 раствора молибдата аммония, 30 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, 5 см^3 раствора сурьмяновиннокислого калия и 25 см^3 воды. Раствор устойчив в течение суток.

Аммония фосфат двузамещенный по ГОСТ 3772.

Основные растворы фосфора.

Раствор А. Навеску аммония фосфата двузамещенного массой 0,4264 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят водой до метки, затем перемешивают. Раствор А хранят в полиэтиленовой посуде. 1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг фосфора.

Раствор Б. 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки, затем перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг фосфора.

Раствор В. 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки, затем перемешивают. 1 см^3 раствора В содержит 0,001 мг фосфора.

Растворы Б и В применяют свежеприготовленными.

8.6.2 Проведение анализа

8.6.2.1 Навеску перрената аммония массой 1,000 г помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10—15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:9, накрывают часовым стеклом и нагревают до кипения. Затем стекло снимают и ополаскивают его водой над стаканом (колбой), добавляют к раствору 0,5—1,0 см^3 раствора перманганата калия, кипятят до образования осадка пероксида марганца и еще 2—3 мин.

После этого прибавляют по каплям раствор нитрита натрия до обесцвечивания раствора, кипятят и выпаривают раствор досуха. К остатку добавляют 3—5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения солей, добавляют 10—15 см^3 воды и после охлаждения переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см^3, разбавляют водой до метки, перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 5—20 см^3 и помещают ее в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см^3, добавляют 4—5 см^3 смеси реактивов, разбавляют водой до метки, перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 720 нм или на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания при 670 нм и кювету с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Допускается визуальное сравнение со шкалой стандартных растворов.

Массу фосфора определяют по градуировочному графику, для построения которого в ряд мерных колб вместимостью 25 см^3 каждая помещают последовательно 0; 1,0; 2,0; 5,0 см^3 раствора В и 1,0; 1,5; 2,0 см^3 раствора Б, доводят водой до объема 10—15 см^3, приливают 4—5 см^3 смеси реактивов и разбавляют водой до метки, перемешивают. В качестве нулевого раствора используют контрольный опыт.

Измеряют оптическую плотность и по полученным данным строят градуировочный график, для следующих масс фосфора: 0,001; 0,002; 0,005; 0,010; 0,15 и 0,020 мг.

8.6.2.2 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю фосфора X, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 100}{m\,1000} = \frac{m_1}{m\,10}, \qquad (18)$$

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

m — масса навески перрената аммония, г.

Приемлемость результатов параллельных определений проверяют по 8.2.3.

Систематическая погрешность методики определения массовых долей фосфора фотометрическим методом в соответствии с требованиями по ГОСТ ИСО 5725-4 незначима при P = 0,95 на всех уровнях определяемых массовых долей фосфора.

Пределы абсолютной погрешности, стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, пределы повторяемости, промежуточной прецизионности и воспроизводимости приведены в таблице 7.

Таблица 7 — Метрологические характеристики фотометрического метода определения фосфора в перрената аммония

В процентах

Массовая доля фосфора	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Предел повторяемости r	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Предел воспроизводимости R	Предел промежуточной прецизионности R_W	Предел абсолютной погрешности $\pm\,\Delta$
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0001	0,0003	0,0002	0,0006	0,0004	0,0004

8.6.2.3 Контроль точности результатов анализа по 8.2.4.

8.6.2.4 Контроль правильности результатов анализа по 8.2.4.3.

8.7 Метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой

Определение массовых долей алюминия, железа, кальция, магния, мышьяка, олова, сурьмы, марганца, меди, молибдена, никеля, висмута, кобальта, хрома, свинца, титана, цинка, кремния, кадмия осуществляют методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой.

8.7.1 Сущность метода заключается в возбуждении атомов раствора пробы в индуктивно связанной плазме и измерении интенсивности аналитической линии определяемого элемента при распылении раствора анализируемой пробы в плазму.

Основную массу рения отгоняют в виде Re_2O_7, концентрируя примеси в остатке.

Массовые концентрации элементов в растворе устанавливают по градуировочному графику.

Метод позволяет определять следующие примеси в диапазонах, указанных в таблице 8.

Таблица 8 — Диапазоны массовых долей примесей, определяемых в перренате аммония методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой

В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля	Определяемый элемент	Массовая доля
Алюминий	0,0005 — 0,002	Никель	0,0002 — 0,002
Кадмий	0,0001 — 0,005	Кобальт	0,0002 — 0,002
Хром	0,001 — 0,01	Висмут	0,0005 — 0,01
Марганец	0,0001 — 0,002	Мышьяк	0,0005 — 0,01
Титан	0,0005 — 0,01	Олово	0,0001 — 0,0005
Цинк	0,0001 — 0,01	Сурьма	0,0005 — 0,001
Магний	0,0002 — 0,002	Кальций	0,001 — 0,003
Медь	0,00005 — 0,001	Кремний	0,001 — 0,002
Железо	0,0005 — 0,001	Молибден	0,0005 — 0,02
Свинец	0,0001 — 0,005		

8.7.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения со всеми вспомогательными устройствами.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 с вытяжным шкафом.

Лабораторные весы общего назначения по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания $\pm$ 0,0002 г.

Печь муфельная с температурой нагрева до 500 °С.

Чашки кварцевые.

Чашки из стеклоуглерода марки СУ 2000.

Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227.

Пипетки градуированные без установленного времени ожидания по ГОСТ 29228.

Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с по ГОСТ 29229.

Бюретки по ГОСТ 29251.

Бюретки без установленного времени ожидания по ГОСТ 29252.

Бюретки с временем ожидания 30 с по ГОСТ 29253.

Стаканы, колбы по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100, 250, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 перегнанная.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363 и растворы концентрацией 500 и 5 г/дм^3.

Азотная кислота по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1.

Серная кислота по ГОСТ 14262, разбавленная 1:1.

Соляная кислота по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1, 1:5 и 1:10.

Полиэтиленовые банки вместимостью 100 см^3.

Алюминий по ГОСТ 11069.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610.

Кальция карбонат по ГОСТ 4530.

Магний по ГОСТ 804.

Мышьяк металлический по техническим условиям [9].

Олово по ГОСТ 860.

Медь по ГОСТ 859.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Никель по ГОСТ 849.

Кобальт по ГОСТ 123.

Висмут по ГОСТ 10928.

Хром по ГОСТ 5905.

Свинец по ГОСТ 22861 или по ГОСТ 3778.

Титан губчатый по ГОСТ 17746.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Цинк по ГОСТ 3640.

Кремний по ГОСТ 19658.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467.

Сульфат натрия по ГОСТ 4166, высушенный до постоянной массы при температуре (100 ± 10) °С.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Стандартный образец состава перрената аммония с установленными массовыми долями рения и примесей в нем АР-001—2005.

8.7.3 Приготовление основных растворов с массовой концентрацией 1 мг/см^3

Растворы алюминия, кадмия, хрома, марганца, магния с массовой концентрацией ионов, металлов 1 мг/см^3.

Навеску каждого из перечисленных металлов массой 100,0 мг растворяют в 10 см^3 соляной кислоты (1:1), при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, водой доводят до метки, тщательно перемешивают.

Растворы меди, никеля, кобальта, висмута, с массовой концентрацией ионов металлов 1 мг/см^3.

Навеску каждого из перечисленных металлов массой 100,0 мг растворяют в 10 см^3 азотной кислоты (1:1), вначале при комнатной температуре, затем при нагревании. Раствор упаривают до объема 2—3 см^3, прибавляют 20 см^3 соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Для приготовления раствора свинца с массовой концентрацией 1 мг/см^3 навеску свинца массой 100,0 мг растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты (1:5) при нагревании водой, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают. Водой раствор доводят до метки, перемешивают.

Для приготовления раствора молибдена с массовой концентрацией 1 мг/см^3 навеску молибдата аммония 1840 мг растворяют в 20 см^3 воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой, перемешивают.

Растворы мышьяка, сурьмы и олова с массовой концентрацией ионов металлов 1 мг/см^3 готовят растворением навески массой 100,0 мг каждого из перечисленных металлов в смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании. Раствор упаривают до объема 2—3 см^3, прибавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Для приготовления раствора железа с массовой концентрацией 1 мг/см^3 навеску железа массой 100 мг растворяют в 2 см^3 соляной кислоты с добавлением 0,5 см^3 азотной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора цинка с массовой концентрацией 1 мг/см^3 навеску цинка металлического 100 мг растворяют в 10 см^3 соляной кислоты (1:1). Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора кальция с массовой концентрацией 1 мг/см^3 навеску карбоната кальция массой 2500 мг растворяют в 50 см^3 соляной кислоты (1:10) при слабом нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки, перемешивают.

Для приготовления раствора кремния с массовой концентрацией 1 мг/см^3 навеску кремния массой 100,0 мг растворяют в 20 см^3 раствора гидроксида калия с массовой концентрацией 500 г/дм^3 в чашке из стеклоуглерода при сильном нагревании.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором гидроксида калия с массовой концентрацией 5 г/дм^3, перемешивают и переносят в полиэтиленовую банку.

Все вышеперечисленные основные растворы хранят в течение года.

8.7.4 Приготовление аттестованных многоэлементных смесей — растворов, содержащих алюминий, железо, молибден, мышьяк, сурьму, олово, титан, хром и висмут, для градуировочных графиков

Смесь А: пипеткой отбирают по 10 см^3 основных растворов перечисленных ионов металлов и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого элемента в смеси составляет 0,1 мг/см^3. Растворы хранят не более месяца.

Погрешность значения массовой концентрации каждого элемента в смеси составляет 0,5 мкг/см^3.

Смесь Б: пипеткой отбирают 10 см^3 смеси А и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают. Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в смеси составляет 0,01 мг/см^3.

Растворы хранят не более 5 дней.

Погрешность значения массовой концентрации каждого элемента составляет 0,05 мкг/см^3.

8.7.5 Приготовление аттестованных многоэлементных смесей — растворов, содержащих никель, кобальт, цинк, свинец, кадмий, медь, марганец, магний, для градуировочных графиков

Смесь $А_1$: пипеткой отбирают по 10 см^3 основных растворов никеля, кобальта, свинца, титана, кадмия, молибдена, марганца, хрома, магния, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в смеси составляет 0,1 мг/см^3. Растворы хранят не более месяца.

Погрешность значения массовой концентрации каждого элемента в смеси составляет 0,5 мкг/см^3.

Смесь $Б_1$: пипеткой отбирают 10 см^3 смеси $А_1$ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в смеси составляет 0,01 мг/см^3. Растворы хранят не более 5 дней.

Погрешность значения массовой концентрации каждого элемента в смеси составляет 0,07 мкг/см^3.

8.7.6 Приготовление аттестованных растворов, содержащих кремний, для градуировочных графиков

Смесь $А_2$: пипеткой отбирают 10 см^3 основного раствора кремния и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки водой и сразу переносят в полиэтиленовую банку.

Значение массовой концентрации кремния в смеси составляет 0,1 мг/см^3. Раствор хранят не более месяца.

Погрешность значения массовой концентрации смеси составляет 0,5 мкг/см^3.

Смесь $Б_2$: пипеткой отбирают 10 см^3 смеси $А_2$ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки водой и сразу переносят в полиэтиленовую банку.

Значение массовой концентрации кремния в смеси составляет 0,01 мг/см^3. Раствор хранят не более 5 дней.

Погрешность значения массовой концентрации кремния в смеси составляет 0,07 мкг/см^3.

8.7.7 Приготовление растворов для построения градуировочных графиков

Для определения примесей в перренате аммония готовят многоэлементные растворы для градуировки.

Градуировочные растворы для определения алюминия, железа, молибдена, мышьяка, сурьмы, олова, титана, хрома, висмута и кремния готовят следующим образом: отбирают пипеткой растворы — смеси Б и $Б_2$ в следующем порядке: 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 30,0 см^3 и помещают в пять мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают. Полученные растворы содержат соответственно по 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 3,0 мг в 1 дм^3 алюминия, железа, молибдена, мышьяка, сурьмы, олова, титана, хрома, висмута и кремния, что охватывает диапазон массовых долей вышеуказанных элементов от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $3 \cdot 10^{-3}$ %.

При построении градуировочных графиков для более высоких значений массовых долей элементов от $2 \cdot 10^{-3}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ % поступают следующим образом: отбирают пипеткой в мерные колбы вместимостью 100 см^3 растворы смеси А в следующем порядке: 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5), перемешивают. Полученные растворы содержат 2; 4; 6; 8; 10 мг/дм^3 молибдена, алюминия, железа, мышьяка, сурьмы, олова, титана и хрома, что соответствует диапазону массовых долей от $2 \cdot 10^{-3}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %.

Градуировочные растворы для определения никеля, кобальта, цинка, свинца, кадмия, меди, марганца, магния готовят следующим образом: отбирают пипеткой 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 раствора $Б_1$ в мерные колбы вместимостью 100 см^3, доводят до метки соляной кислотой (1:5), перемешивают. Полученные растворы содержат соответственно 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 мг/дм^3, что охватывает диапазон массовых долей никеля, кобальта, цинка, свинца, кадмия, меди, марганца и магния от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-3}$ %.

При построении градуировочных графиков для более высоких значений массовых долей никеля, кобальта, цинка, свинца, кадмия, меди, марганца и магния от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ % поступают следующим образом: отбирают в мерные колбы вместимостью 100 см^3 растворы смеси $А_1$ в следующем порядке: 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5), перемешивают. Полученные растворы содержат 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мг/дм^3, что соответствует массовым долям никеля, кобальта, цинка, свинца, меди, марганца и магния в диапазоне от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ %.

Аналогичную последовательность разбавления растворов кремния соблюдают для введения его в многоэлементный градуировочный раствор.

8.7.8 Проведение анализа

Навеску пробы массой от 2,000 до 5,000 г помещают в чашку из стеклоуглерода*, осторожно приливают 10 см^3 воды и 10 см^3 азотной кислоты, перемешивают и выпаривают досуха при слабом нагревании (~ 100 °С). В чашку приливают 5—10 см^3 воды и снова нагревают при температуре ~ 100 °С до сухих солей.

Чашки с сухим остатком помещают в муфельную печь и осторожно нагревают до температуры 300 °С, затем выдерживают в течение 1,5—2 ч при температуре 350 °С — 400 °С для удаления рения. Чашку достают из муфельной печи, охлаждают. В чашку с остатком приливают 2—3 см^3 азотной кислоты, выпаривают на плите при ~ 100 °С до сухих солей и снова прокаливают в муфельной печи при температуре 350 °С — 400 °С в течение 20—30 мин. Чашку вынимают из муфеля, охлаждают, приливают 5 см^3 азотной кислоты (1:1), растворяют остаток при слабом нагревании и водой переносят в мерную колбу вместимостью 25—50 см^3. Водой содержимое колбы доводят до метки, перемешивают.

По всему ходу анализа проводят контрольный опыт из двух параллельных определений.

8.7.9 Проведение измерений

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой готовят к работе согласно инструкции по эксплуатации прибора.

Мощность плазмы, расход аргона, высота регистрируемой зоны плазмы и другие параметры устанавливают так, чтобы достигнуть оптимальных значений по чувствительности и точности определения элементов.

---

* Если кремний определять не надо, пробы вскрывают в кварцевых чашках.

Вводят в программу измерений длины волн аналитических линий определяемых элементов согласно таблице 9.

Таблица 9 — Длины волн аналитических линий определяемых элементов

В нанометрах

Определяемый элемент	Длины волн	Определяемый элемент	Длины волн
Алюминий	309,284	Никель	231,604
Кадмий	226,502	Кобальт	238,892
Хром	205,552	Висмут	306,772
Марганец	257,610	Мышьяк	193,696
Титан	384,941	Олово	283,999
Цинк	213,856	Сурьма	217,581
Магний	280,270	Кальций	317,933
Медь	324,74	Кремний	251,611
Железо	259,940	Молибден	202,030
Свинец	220,353		

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

Измерения начинают не ранее чем через 30 мин после зажигания плазмы для стабилизации условий измерений.

Проверяют градуировку прибора, измеряя сигналы примесей двух стандартных образцов перрената аммония.

При выполнении анализа пробы последовательно вводят в плазму растворы контрольного опыта, растворы для градуировки, анализируемые растворы проб. Для каждого раствора выполняют три измерения интенсивности поглощения каждого элемента и вычисляют среднеарифметическое значение.

С помощью градуировочной зависимости находят значение массовой концентрации определяемого элемента в растворе.

8.7.10 Обработка и оформление результатов анализа

Для получения результатов параллельных определений массовую долю определяемого элемента в перренате аммония X, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_{к.о})V \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000} = \frac{(C - C_{к.о}) \cdot V}{m \cdot 10000}, \quad (19)$$

где C — концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе, мкг/см^3;

$C_{к.о.}$ — концентрация определяемого элемента в контрольном опыте, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — навеска перрената аммония, г.

8.7.11 Приемлемость результатов параллельных определений проверяют по 8.5.3.

Систематическая погрешность методики определения массовых долей элементов в соответствии с требованиями по ГОСТ ИСО 5725-4 незначима при P = 0,95 на всех уровнях определяемых массовых долей элементов.

Пределы абсолютной погрешности, стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, пределы повторяемости, промежуточной прецизионности и воспроизводимости приведены в таблице 10.

Таблица 10 — Метрологические характеристики методики атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой

В процентах

Массовая доля элементов	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Предел повторяемости r	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Предел воспроизводимости R	Предел промежуточной прецизионности R_W	Предел абсолютной погрешности $\pm\Delta$
Алюминий						
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0002	0,0006	0,0002	0,0006	0,0006	0,0004
Железо						
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0001	0,0003	0,0002	0,0006	0,0004	0,0004
Кремний						
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0002	0,0006	0,0002	0,0006	0,0006	0,0004
Магний						
От 0,0002 до 0,0006 включ.	0,00002	0,00006	0,00003	0,00008	0,00006	0,00006
Св. 0,0006 » 0,0020 »	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Марганец						
От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00002	0,00006	0,00003	0,00008	0,00006	0,00006
Св. 0,00030 » 0,00100 »	0,00005	0,00014	0,00006	0,00017	0,00014	0,00012
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0002	0,0006	0,0002	0,0006	0,0006	0,0004
Медь						
От 0,00005 до 0,00015 включ.	0,00001	0,00003	0,00002	0,00006	0,00005	0,00004
Св. 0,00015 » 0,00050 »	0,00004	0,00011	0,00004	0,00011	0,00011	0,00008
» 0,00050 » 0,00150 »	0,00009	0,00025	0,00011	0,00030	0,00028	0,00022
» 0,00150 » 0,00500 »	0,00013	0,00036	0,00013	0,00036	0,00036	0,00026
Цинк						
От 0,0001 до 0,0003 включ.	0,00002	0,00006	0,00003	0,00008	0,00006	0,00006
Св. 0,0003 » 0,0010 »	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0002	0,0006	0,0003	0,0008	0,0006	0,0006
» 0,0030 » 0,0100 »	0,0007	0,0020	0,0030	0,0080	0,0060	0,0060
» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,008	0,005	0,014	0,010	0,010
» 0,030 » 0,050 »	0,005	0,001	0,006	0,02	0,02	0,012
Молибден						
От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Св. 0,0015 » 0,0030 »	0,0002	0,0006	0,0003	0,0008	0,0006	0,0006
» 0,003 » 0,010 »	0,001	0,003	0,001	0,003	0,003	0,002
Натрий						
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0002	0,0006	0,0002	0,0006	0,0006	0,0004
Никель						
От 0,00020 до 0,00060 включ.	0,00002	0,00006	0,00003	0,00008	0,00007	0,00006
Св. 0,0006 » 0,0020 »	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002

Окончание таблицы 10

В процентах

Массовая доля элементов	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Предел повторяемости r	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Предел воспроизводимости R	Предел промежуточной прецизионности R_W	Предел абсолютной погрешности $\pm\Delta$
Кобальт						
От 0,00020 до 0,00060 включ.	0,00003	0,00008	0,00004	0,00011	0,00010	0,00008
Св. 0,0006 » 0,0020 »	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Мышьяк						
От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0001	0,0003	0,0002	0,0006	0,0005	0,0004
Св. 0,0015 » 0,0050 »	0,0002	0,0006	0,0004	0,0012	0,0008	0,0008
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0003	0,0008	0,0004	0,0011	0,0009	0,0008
Висмут						
От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Св. 0,0015 » 0,0040 »	0,0002	0,0006	0,0003	0,0008	0,0006	0,0006
» 0,0040 » 0,0100 »	0,0003	0,0008	0,0004	0,0011	0,0010	0,0008
Хром						
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0002	0,0006	0,0003	0,0008	0,0008	0,0006
Св. 0,0030 » 0,0100 »	0,0003	0,0008	0,0004	0,0011	0,0010	0,0008
Свинец						
От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00002	0,00006	0,00003	0,00008	0,00006	0,00006
Св. 0,00030 » 0,00100 »	0,00005	0,00014	0,00006	0,00017	0,00014	0,00012
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0002	0,0006	0,0002	0,0006	0,0006	0,0004
» 0,0030 » 0,0050 »	0,0002	0,0006	0,0003	0,0008	0,0007	0,0006
Кадмий						
От 0,00010 до 0,00030 включ	0,00002	0,00006	0,00003	0,00008	0,00007	0,00006
Св. 0,0003 » 0,0010 »	0,0001	0,0003	0,0002	0,0006	0,0005	0,0004
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0002	0,0006	0,0003	0,0008	0,0006	0,0006
» 0,0030 » 0,0050 »	0,0002	0,0006	0,0003	0,0008	0,0008	0,0006
Олово						
От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00002	0,00006	0,00003	0,00008	0,00006	0,00006
Св. 0,00030 » 0,00050 »	0,00005	0,00014	0,00006	0,00017	0,00017	0,00012
Титан						
От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Св. 0,0015 » 0,0050 »	0,0002	0,0006	0,0003	0,0008	0,0006	0,0006
» 0,005 » 0,010 »	0,0003	0,0008	0,0004	0,0011	0,0009	0,0008
Сурьма						
От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Св. 0,0015 » 0,0050 »	0,0002	0,0006	0,0004	0,0011	0,0009	0,0008
» 0,005 » 0,010 »	0,0003	0,0008	0,0005	0,0014	0,0010	0,0010

8.7.12 Контроль точности результатов анализа по 8.2.4.

8.7.13 Контроль правильности результатов анализа по 8.2.4.3.

При разногласиях в оценке массовых долей элементов применяют метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой.

8.8 Метод атомно-абсорбционной спектрофотометрии

Метод основан на измерении атомной абсорбции элементов на длине волны их аналитических линий при введении анализируемых растворов в воздушно-ацетиленовое по ГОСТ 5457 или воздушно-пропан-бутановое пламя по ГОСТ 20448.

Массовые концентрации элементов устанавливают по градуировочному графику.

Диапазон массовых долей элементов, определяемых в перренате аммония, и длины волн их аналитических линий приведены в таблице 11.

Таблица 11 — Диапазоны массовых долей, длины волн аналитических линий элементов, определяемых в перренате аммония методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Длины волн, нм
Натрий	0,0001 — 0,002	589,0
Калий	0,0001 — 0,05	766,5
Кальций	0,001 — 0,003	422,7
Железо	0,0001 — 0,001	248,3
Медь	0,00001 — 0,005	249,2
Никель	0,0001 — 0,002	232,0
Кобальт	0,0001 — 0,002	240,7
Свинец	0,0001 — 0,02	283,3
Цинк	0,0001 — 0,001	213,9
Кадмий	0,0001 — 0,002	228,8

8.8.1 Определение массовых долей натрия, калия, кальция

8.8.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любого типа.

Спектральные лампы с полым катодом для определения натрия, калия и кальция.

Газообразный ацетилен по ГОСТ 5457 в баллоне, снабженном редуктором.

Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227.

Пипетки градуированные без установленного времени ожидания по ГОСТ 29228.

Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с по ГОСТ 29229.

Бюретки по ГОСТ 29251.

Бюретки без установленного времени ожидания по ГОСТ 29252.

Бюретки с временем ожидания 30 с по ГОСТ 29253.

Кислота азотная по ГОСТ 11125.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3 и 0,1 М раствор.

Вода, дважды перегнанная в стеклянном аппарате.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, дважды кристаллизованный и высушенный до постоянной массы при температуре (105 ± 10) °С.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, дважды перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при температуре (105 ± 10) °С.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Стандартный образец состава перрената аммония с установленными массовыми долями рения и примесей в нем АР-001—2005.

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы по 8.7.2; 8.7.3; 8.7.4; 8.7.6.

8.8.1.2 Приготовление основных и промежуточных растворов

8.8.1.2.1 Основные растворы натрия

Раствор А. Навеску хлорида натрия массой 0,2542 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки водой, перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг/см^3 натрия. Раствор устойчив в течение года.

Раствор $А_1$. 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, водой доводят до метки, перемешивают. 1 см^3 раствора $А_1$ содержит 0,1 мг/см^3 натрия. Раствор устойчив в течение одного месяца.

8.8.1.2.2 Основные растворы калия

Раствор Б. Навеску хлорида калия массой 0,1908 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, водой доводят до метки, перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 1 мг/см^3 калия. Раствор устойчив в течение года.

Раствор $Б_1$. 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, водой раствор доводят до метки, перемешивают. 1 см^3 раствора $Б_1$ содержит 0,1 мг/см^3 калия. Раствор устойчив в течение месяца.

8.8.1.2.3 Основные растворы кальция

Раствор В. Навеску карбоната кальция массой 0,2500 г растворяют в 70 см^3 0,1 М раствора соляной кислоты при слабом нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, водой доводят до метки, перемешивают. 1 см^3 раствора В содержит 1 мг кальция. Раствор устойчив в течение года.

Раствор $В_1$. 10 см^3 раствора В помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, водой доводят до метки, перемешивают. 1 см^3 раствора $В_1$ содержит 0,1 мг/см^3 кальция. Раствор устойчив в течение года.

8.8.1.2.4 Аттестованная смесь — раствор Г для многоэлементного анализа.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают по 10 см^3 растворов А, Б и В. Водой доводят до метки, перемешивают. 1 см^3 раствора Г содержит по 0,1 мг/см^3 натрия, калия и кальция.

Погрешность значения массовой концентрации каждого элемента в смеси составляет 0,5 мкг/см^3.

Раствор устойчив в течение месяца.

Раствор $Г_1$ для многоэлементного анализа.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3, помещают 10 см^3 раствора Г, водой доводят до метки, перемешивают.

1 см^3 раствора $Г_1$ содержит 0,01 мг/см^3 натрия, калия и кальция. Погрешность значения массовой концентрации каждого элемента в смеси составляет 0,7 мкг/см^3. Растворы готовят в день употребления.

8.8.1.2.5 Построение градуировочного графика для диапазона массовых долей элементов от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ %.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают 2,0; 4,0; 8,0; 10,0 и 20,0 см^3 раствора $Г_1$ для многоэлементного анализа, что соответствует 0,2; 0,4; 0,8; 1,0 и 2,0 мг/дм^3.

8.8.1.2.6 Построение градуировочного графика для диапазона массовых долей элементов от $5 \cdot 10^{-3}$ % до $6 \cdot 10^{-2}$ %.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают 2,0; 4,0; 8,0; 16,0 и 24,0 см^3 раствора $Г_1$, водой раствор доводят до метки, перемешивают. Полученные растворы содержат 2,0; 4,0; 8,0; 16,0; 24,0 мг/дм^3 натрия, калия и кальция соответственно, что при навеске 2 г перрената аммония и разведении пробы 50 см^3 охватывает диапазон массовых долей этих элементов от $5 \cdot 10^{-3}$ % до $2 \cdot 10^{-2}$ %.

8.8.1.3 Проведение анализа

В три кварцевые чашки помещают навески перрената аммония массой 2,000 г каждая, приливают по 5—6 см^3 азотной кислоты и выпаривают при слабом нагревании (~ 100 °С) до сухих солей. Чашки с солями нагревают на горячей (~ 300 °С) плите для отгонки основной массы рения, затем прокаливают в муфеле при температуре 350 °С—400 °С в течение 20—30 мин. Чашки достают из муфельной печи, охлаждают, приливают по 2 — 3 см^3 азотной кислоты и выпаривают до сухих солей. Повторно прокаливают в муфельной печи при температуре 350 °С — 400 °С в течение 20 — 30 мин.

После охлаждения в чашки добавляют от 25 см^3 до 30 см^3 воды, нагревают до растворения солей, растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3, водой доводят до метки, перемешивают.

По всему ходу анализа проводят контрольный опыт.

Растворы контрольного опыта, растворы для построения градуировочных графиков и растворы концентратов проб перрената аммония последовательно вводят в пламя горелки и измеряют поглощение натрия при длине волны 589,0 нм, калия — при длине волны 766,5 нм, кальция — при длине волны 422,7 нм. В качестве пламени используют пламя ацетилен—воздух.

8.8.1.4 Обработка и оформление результатов

Массовую долю натрия, калия и кальция, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV}{m} \cdot \frac{100}{1000 \cdot 1000} = \frac{CV}{m \cdot 10000}, \quad (20)$$

где C — массовая концентрация элемента, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — навеска пробы, г.

Приемлемость результатов параллельных определений проверяют по 8.2.3.

Систематическая погрешность методики определения массовых долей натрия, калия и кальция в соответствии с требованиями по ГОСТ ИСО 5725-4 незначима при P = 0,95 на всех уровнях определяемых массовых долей.

Пределы абсолютной погрешности, стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, пределы повторяемости, промежуточной прецизионности и воспроизводимости приведены в таблице 12.

Таблица 12 — Метрологические характеристики атомно-абсорбционной методики анализа

В процентах

Массовая доля элементов	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Предел повторяемости r	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Предел воспроизводимости R	Предел промежуточной прецизионности R_W	Предел абсолютной погрешности $\pm\Delta$
Натрий						
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0001	0,0003	0,0002	0,0006	0,0005	0,0004
Калий						
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0001	0,0003	0,0002	0,0006	0,0005	0,0004
Св. 0,0030 » 0,0100 »	0,0003	0,0008	0,0004	0,0011	0,0010	0,0008
Кальций						
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0002	0,0006	0,0002	0,0006	0,0006	0,0004

8.8.1.5 Контроль точности результатов анализа по 8.2.4.

8.8.1.6 Контроль правильности результатов анализа по 8.2.4.3.

8.8.2 Определение железа, меди, никеля, кобальта, свинца, цинка, кадмия

Атомно-абсорбционный метод позволяет определять железо, медь, никель, кобальт, свинец, цинк и кадмий при определенных длинах волн аналитических линий в диапазонах массовых долей, указанных в таблице 11.

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы по 8.7.2; 8.7.3; 8.7.4; 8.7.5; 8.7.6; 8.7.7.

Проведение анализа по 8.8.1.3.

8.8.2.1 Проведение измерений

Готовят к работе атомно-абсорбционный спектрофотометр в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Вводят в программу измерений длины волн аналитических линий железа, меди, никеля, кобальта, свинца, цинка и кадмия согласно таблице 11.

При выполнении измерений последовательно вводят в воздушно-ацетиленовое пламя раствор контрольного опыта, градуировочные растворы, растворы проб.

Для каждого раствора выполняют три измерения поглощения каждого элемента и вычисляют среднеарифметическое значение. С помощью градуировочной зависимости находят значение массовой концентрации определяемого элемента.

Обработка и оформление результатов анализа по 8.8.1.4.

Приемлемость результатов параллельных определений проверяют по 8.2.3.

Значения характеристики погрешности, стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости, пределов повторяемости, промежуточной прецизионности и воспроизводимости приведены в таблице 10.

8.8.2.2 Контроль точности результатов анализа по 8.2.4.

8.8.2.3 Контроль правильности результатов анализа по 8.2.4.3.

8.9 Атомно-эмиссионный анализ с применением оптического спектрометра

8.9.1 Метод основан на испарении и возбуждении атомов пробы конденсированной искрой в сочетании с дугой переменного тока в одном импульсе, электронной регистрации сигналов, которые после обработки поступают в персональный компьютер, позволяющий наблюдать спектр, выбирать нужные спектральные линии и измерять их интенсивности. Массовые доли элементов устанавливают по градуировочным графикам. Метод позволяет определять в перренате аммония примеси, приведенные в таблице 13.

Таблица 13 — Диапазоны массовых долей примесей, определяемых в перренате аммония

Определяемый элемент	Массовая доля, %
Алюминий	0,0005 — 0,002
Железо	0,0005 — 0,001
Кальций	0,001 — 0,003
Кремний	0,001 — 0,002
Магний	0,0002 — 0,002
Марганец	0,0001 — 0,002
Медь	0,00005 — 0,005
Молибден	0,0005 — 0,01
Никель	0,0002 — 0,002

8.9.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Оптический эмиссионный спектрометр МФС-8 «SL» с широкодиапазонным полихроматором, генератором ИВС-97, электронным регистрирующим устройством, снабженный программой «Метрология» или аналогичной программой.

Рабочий диапазон спектра 190—410 нм, обратная линейная дисперсия 0,55 нм/мм.

Генератор ИВС-97 с комбинированным характером разряда, то есть в каждом полупериоде присутствует низковольтная искра плюс дуга переменного тока 50 Гц, частота разрядов — 100 имп. Диапазон регулирования тока в аналитическом промежутке — от 0,7 до 3,0 А.

Возможно применение аналогичного спектрометра, обеспечивающего требуемые метрологические характеристики.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 500 °С.

Лабораторные весы общего назначения по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания ± 0,0002 г.

Станок для заточки графитовых электродов.

Сушильный шкаф.

Электроды графитовые спектрально чистые марки ОСЧ 7—4, ОСЧ 7—3, диаметром 6 мм с кратером глубиной 1—3 мм и диаметром 4 мм, заточенные на конус.

Шкаф сушильный лабораторный.

Чашки из стеклоуглерода.

Лампа инфракрасная.

Ступка агатовая или фарфоровая с пестиком.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463 или порошок графитовый, изготовленный измельчением спектрально чистых графитовых электродов.

ГСО состава графита, комплект СОГ-21.

Образцы сравнения.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1 и 3:97.

Кальция оксид по ГОСТ 8677.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Оксид алюминия по ГОСТ 8136.

Железа (III) оксид по техническим условиям [10].

Кремния (IV) оксид по ГОСТ 9428.

Магния оксид по ГОСТ 4526.

Молибдена (VI) окись для спектрального анализа по техническим условиям [11].

Никеля окись черная по ГОСТ 4331.

Меди (II) оксид по ГОСТ 16539.

Марганца (II) оксид по техническим условиям [12].

Вода бидистиллированная по ГОСТ 4517.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

8.9.3 Основные растворы элементов, содержащие по 20 мг определяемых элементов в 1 $см^3$

Раствор, содержащий 20 мг алюминия в 1 $см^3$, готовят следующим образом.

Навеску оксида алюминия 3,780 г растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты (1:1), раствор кипятят для удаления оксидов азота, приливают 50 $см^3$ воды и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, после охлаждения водой раствор доводят до метки, перемешивают.

Раствор, содержащий 20 мг железа в 1 $см^3$, готовят следующим образом.

Навеску оксида железа (III) 2,860 г растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты (1:1), раствор кипятят для удаления оксидов азота, приливают 50 $см^3$ воды и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. После охлаждения раствор водой доводят до метки, перемешивают.

Раствор, содержащий 20 мг марганца в 1 $см^3$, готовят следующим образом.

Навеску оксида марганца (II) 2,589 г растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор кипятят для удаления оксидов азота, приливают 50 $см^3$ воды и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. После охлаждения раствор водой доводят до метки, перемешивают.

Раствор, содержащий 20 мг магния в 1 $см^3$, готовят следующим образом.

Навеску оксида магния 3,317 г растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты (1:1), раствор кипятят для удаления оксидов азота, приливают 50 $см^3$ воды и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. После охлаждения раствор водой доводят до метки, перемешивают.

Раствор, содержащий 20 мг кальция в 1 $см^3$, готовят следующим образом.

Навеску оксида кальция 2,798 г растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты (1:1), раствор кипятят для удаления оксидов азота, приливают 50 $см^3$ воды и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. После охлаждения раствор водой доводят до метки, перемешивают.

Раствор, содержащий 20 мг меди в 1 $см^3$, готовят следующим образом.

Навеску оксида меди (II) 2,500 г растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты (1:1), раствор кипятят для удаления оксидов азота, приливают 50 $см^3$ воды и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. После охлаждения раствор водой доводят до метки, перемешивают.

Раствор, содержащий 20 мг никеля в 1 $см^3$, готовят следующим образом.

Навеску оксида никеля 2,545 г растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор кипятят для удаления оксидов азота, приливают 50 $см^3$ воды и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. После охлаждения раствор водой доводят до метки, перемешивают.

8.9.4 Приготовление образцов сравнения

Для приготовления образцов сравнения отбирают навески оксида алюминия массой 0,019 г, оксида магния 0,017 г, оксида марганца 0,016 г, оксида никеля 0,014 г, диоксида кремния 0,021 г, оксида кальция 0,014 г, оксида меди 0,012 г, триоксида молибдена 0,015 г и оксида железа 0,014 г, помещают их в агатовую ступку и тщательно перемешивают в течение 15 мин с 0,858 г графитового порошка. Допускается вместо оксида железа использовать порошок железа с соответствующим пересчетом массы навески.

Для получения более однородной массы смесь перемешивают с этиловым спиртом из расчета 1,0—1,5 $см^3$ на 1,0 г смеси. Полученную смесь высушивают под инфракрасной лампой или в сушильном шкафу при температуре от 105 °С до 115 °С. В полученной смеси — головном образце содержится по 1,000 % каждого определяемого элемента.

Образцы сравнения готовят последовательным разбавлением головного образца с порошковым графитом сначала в 10 раз, затем каждого последующего образца в 2 — 2,5 раза в соответствии с таблицей 14. В приложении А приведены исходные данные для расчета погрешностей приготовления аттестованных смесей.

Таблица 14 — Состав образцов сравнения

В процентах

Номер образца	Массовая доля элемента	Погрешность приготовления аттестованных смесей
I — 1	1,000	0,02
I — 2	0,100	0,002
I — 3	0,050	0,001
I — 4	0,020	0,0004
I — 5	0,010	0,0002
I — 6	0,004	0,00008
I — 7	0,002	0,00004
I — 8	0,001	0,00002
I — 9	0,0005	0,00001
I — 10	0,0002	0,000004

Погрешность приготовления аттестованных смесей рассчитывают по 8.2.1, формула 1.

Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках с плотно закрывающимися крышками в течение одного года.

Для приготовления образцов сравнения из растворов в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают по 10 $см^3$ растворов нитратов алюминия, железа, марганца, магния, меди, никеля доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 3:97, перемешивают.

Навеску графитового порошка массой 0,894 г помещают в фарфоровую чашку, приливают 5 $см^3$ приготовленного раствора смеси определяемых примесей и высушивают под инфракрасной лампой. Добавляют 0,021 г диоксида кремния и 0,015 г триоксида молибдена, высушивают до удаления запаха оксидов азота. В полученном головном образце содержится по 1 % каждого, определяемого элемента. Погрешность приготовления смеси 0,002 %.

8.9.5 Проведение анализа

В две чашки из стеклоуглерода помещают навески перрената аммония массой по 2,000 г. В каждую чашку добавляют графитовый порошок массой 0,1 г (для марки АР-00) или 0,3 г (для марок АР-0 и АР-1), приливают по 6—10 $см^3$ азотной кислоты и выпаривают при нагревании на водяной бане до сухих солей.

Снимают чашки с водяной бани, охлаждают и приливают в каждую по 4—5 $см^3$ бидистиллированной воды, затем выпаривают до сухих солей.

Чашки с сухим остатком ставят в муфельную печь и прокаливают при температуре от 300 °С до 350 °С в течение 1,5—2 ч.

Чашки достают из муфельной печи, охлаждают, приливают по 2—3 $см^3$ азотной кислоты, выпаривают на водяной бане до сухих солей, соли растворяют в 40 $см^3$ бидистиллированной воды, снова выпаривают досуха и затем прокаливают в муфельной печи при температуре от 300 °С до 350 °С в течение 20—30 мин.

В сухой остаток вводят хлорид натрия в количестве 10 % от массы введенного порошка, растирают в агатовой ступке в течение 15 мин и набивают кратеры графитовых электродов. От каждой навески готовят по два электрода.

Аналогичную процедуру смешивания с хлоридом натрия проводят с образцами сравнения.

Противоэлектрод затачивают на усеченный конус.

Спектрометр готовят к работе в соответствии с инструкцией к прибору.

Возбуждение спектра производят комбинированным разрядом — в каждом полупериоде присутствует низковольтная искра плюс дуга переменного тока 50 Гц, частота разрядов — 100 имп/с, диапазон регулирования тока в аналитическом промежутке — от 0,7 до 3,0 А.

Для анализа используют длины волн, приведенные в таблице 15.

Таблица 15 — Длины волн аналитических линий определяемых элементов—примесей

Элемент	Длины волн, нм
Алюминий	309,27
Железо	259,96; 248,82
Кальций	317,93
Кремний	250,69
Магний	280,27
Марганец	279,83; 257,61
Медь	327,30
Молибден	317,03
Никель	305,03
Примечание — Допускается использование других линий при условии, что они обеспечивают требуемые метрологические характеристики.	

Массовую долю определяемого элемента устанавливают по градуировочному графику.

Для получения градуировочной зависимости проводят измерение интенсивности аналитических линий определяемых элементов и фона для стандартных образцов. Для каждого образца выполняют четыре измерения и получают среднеарифметическое значение относительной интенсивности аналитической линии.

Градуировочные зависимости получают в координатах: среднее значение относительной интенсивности аналитических линий определяемых элементов — массовая доля определяемого элемента в образце сравнения.

Измеряют относительные интенсивности аналитических линий определяемых элементов для каждой из двух навесок пробы.

Одновременно через все стадии подготовки пробы к анализу и проведения анализа проводят два контрольных опыта, получая среднеарифметическое значение X_2 — массовая доля элемента — примеси в концентрате контрольного опыта в процентах.

8.9.6 Обработка и оформление результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных определений в концентрате пробы.

Массовую долю определяемого элемента — примеси X, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m}(X_1 - X_2), \qquad (21)$$

где m_1 — масса навески введенного графитового порошка, г;

m — масса навески перрената аммония, г;

X_1 — массовая доля элемента — примеси в концентрате пробы, %;

X_2 — массовая доля элемента — примеси в концентрате контрольного опыта, %.

Приемлемость результатов параллельных определений проверяют по 8.2.3.

Пределы абсолютной погрешности, стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, пределы повторяемости, промежуточной прецизионности и воспроизводимости приведены в таблице 16.

Таблица 16 — Метрологические характеристики методики атомно-эмиссионного метода определения элементов

В процентах

Массовая доля элементов	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Предел повторяемости r	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Предел воспроизводимости R	Предел промежуточной прецизионности R_W	Предел абсолютной погрешности $\pm\Delta$
Алюминий						
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0002	0,0006	0,0002	0,0006	0,0006	0,0004
Железо						
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Кальций						
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0003	0,0008	0,0003	0,0009	0,0009	0,0006
Кремний						
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0004	0,0011	0,0005	0,0014	0,0014	0,0010
Магний						
От 0,00020 до 0,00060 включ.	0,00004	0,00011	0,00005	0,00014	0,00012	0,00010
Св. 0,0006 » 0,0020 »	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Марганец						
От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00002	0,00006	0,00002	0,00006	0,00006	0,00004
Св. 0,00030 » 0,00100 »	0,00008	0,00022	0,00008	0,00022	0,00022	0,00016
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0002	0,0006	0,0002	0,0006	0,0006	0,0004
Медь						
От 0,00005 до 0,00015 включ.	0,00001	0,00003	0,00001	0,00003	0,00003	0,00002
Св. 0,00015 » 0,00050 »	0,00004	0,00011	0,00004	0,00012	0,00012	0,00008
» 0,00050 » 0,00150 »	0,00011	0,00030	0,00011	0,00030	0,00030	0,00022
» 0,00150 » 0,00500 »	0,00024	0,00067	0,00025	0,00070	0,00070	0,00050
Молибден						
От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0001	0,0003	0,0001	0,0003	0,0003	0,0002
Св. 0,0015 » 0,0030 »	0,0002	0,0006	0,0002	0,0006	0,0006	0,0004
» 0,0030 » 0,0100 »	0,0003	0,0008	0,0003	0,0008	0,0008	0,0006
Никель						
От 0,00020 до 0,00060 включ.	0,00005	0,00014	0,00006	0,00017	0,00017	0,00012
Св. 0,00060 » 0,00200 »	0,00007	0,00019	0,00009	0,00025	0,00025	0,00018

8.9.7 Контроль точности результатов анализа по 8.2.4.

8.9.8 Контроль правильности результатов анализа по 8.2.4.3.

9 Транспортирование и хранение

9.1 Перевозка перрената аммония производится транспортом всех видов в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

Допускается отправление почтовыми посылками, в этом случае упаковка, маркировка и транспортирование производится в соответствии с правилами или инструкциями почтовых учреждений.

9.2 Ящики в крытых вагонах следует транспортировать в пакетированном виде в соответствии с требованиями ГОСТ 26663 и правилами перевозки грузов, утвержденными соответствующими ведомствами.

При пакетировании должны использоваться плоские деревянные поддоны по ГОСТ 9557.

Средства скрепления пакетов — по ГОСТ 21650 или другими материалами, обеспечивающими сохранность перрената аммония при транспортировании. Габаритные размеры пакетов — по ГОСТ 24597.

Масса пакета не более 500 кг.

9.3 Транспортирование перрената аммония мелкими отправками железнодорожным, автомобильным и воздушным транспортом — в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

9.4 Погрузочно-разгрузочные работы — в соответствии с требованиями ГОСТ 12.3.009.

9.5 Перренат аммония не классифицируют по ГОСТ 19433 и не относят к числу опасных грузов.

9.6 Перренат аммония хранят в упаковке изготовителя в закрытых помещениях при температуре не выше + 50 °С, при отсутствии в окружающей атмосфере окисляющих веществ.

10 Гарантии изготовителя

10.1 Изготовитель гарантирует соответствие перрената аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий транспортирования и хранения, установленных настоящим стандартом.

10.2 Гарантийный срок хранения перрената аммония — десять лет с момента изготовления.

10.3 По истечении гарантийного срока хранения перренат аммония может быть использован после его проверки и подтверждения соответствия его качества требованиям настоящего стандарта.

Приложение А
(справочное)

Исходные данные для расчета погрешностей приготовления аттестованных смесей

А.1 Исходные данные для расчета погрешностей приготовления аттестованных смесей приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1 Исходные данные для расчета погрешностей приготовления аттестованных смесей

№ образца	1 — 1	1 — 2	1 — 3	1 — 4	1 — 5
Массовая доля элемента, %	1,0	0,1	0,05	0,02	0,01
Массовая доля элемента, мг/г	0,01	0,001	0,0005	0,0002	0,0001
Абсолютная погрешность ± мг/г					
Алюминий	0,00016	0,000016	0,000008	0,0000032	0,0000016
Магний	0,00018	0,000018	0,000009	0,0000036	0,0000018
Марганец	0,00019	0,000019	0,0000095	0,0000038	0,0000019
Никель	0,00021	0,000021	0,000011	0,0000042	0,0000021
Кремний	0,00014	0,000014	0,000007	0,0000028	0,0000021
Кальций	0,00021	0,000021	0,000011	0,0000042	0,0000021
Медь	0,00025	0,000025	0,000013	0,000005	0,0000025
Железо	0,00021	0,000021	0,000011	0,0000042	0,0000021
Молибден	0,0002	0,00002	0,00001	0,000004	0,000002

Окончание таблицы А.1

№ образца	1 — 6	1 — 7	1 — 8	1 — 9	1 — 10
Массовая доля элемента, %	0,004	0,002	0,001	0,0005	0,0002
Массовая доля элемента, мг/г	0,00004	0,00002	0,00001	0,000005	0,000002
Абсолютная погрешность ± мг/г					
Алюминий	0,00000064	0,00000032	0,00000016	0,00000008	0,000000032
Магний	0,00000072	0,00000036	0,00000018	0,00000009	0,000000036
Марганец	0,00000076	0,00000038	0,00000019	0,000000095	0,000000038
Никель	0,00000084	0,00000042	0,00000021	0,00000011	0,000000042
Кремний	0,00000056	0,00000028	0,00000020	0,00000007	0,000000028
Кальций	0,00000084	0,00000042	0,00000021	0,00000011	0,000000042
Медь	0,000001	0,0000005	0,00000025	0,00000013	0,00000005
Железо	0,00000084	0,00000042	0,00000021	0,00000011	0,000000042
Молибден	0,0000008	0,0000004	0,0000002	0,0000001	0,00000004

Библиография

[1] РМГ 60—2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации — Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

[2] РМГ 54—2002 Рекомендации по межгосударственной стандартизации — Государственная система обеспечения единства измерений. Характеристики градуировочных средств измерений состава и свойств веществ и материалов. Методика выполнения измерений с использованием стандартных образцов

[3] РМГ 61—2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации — Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[4] РМГ 76—2004 Рекомендации по межгосударственной стандартизации — Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[5] ИСО 8258—1991 — Карты контрольные Шухарта

[6] ТУ 6-09-4578—81 — Кальций хлористый

[7] ТУ 6-09-5393—88 — Олово 2-хлористое

[8] ТУ 6-09-08-1598—88 — Калий сурьмяновиннокислый

[9] ТУ 113-12-112—89 — Мышьяк металлический для полупроводниковых соединений особо чистый 19-4, особо чистый 17-4, особо чистый 10-4

[10] ТУ 6-09-5346—87 — Железа триоксид

[11] ТУ 6-09-01-269—85 — Молибдена (VI) окись для спектрального анализа

[12] ТУ 6-09-3217—78 — Марганца (II) оксид

УДК 622.349.3.15:543.06:006.354 ОКС 73.060.99 А32 ОКП 17 6622

Ключевые слова: перренат аммония, требования безопасности, требования охраны окружающей среды, правила приемки, методы анализа

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 16.02.2010. Подписано в печать 24.03.2010. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 4,65 Уч.-изд. л. 4,20. Тираж 94 экз. Зак. 203.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru