МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ВЕЩЕСТВА ВЗРЫВЧАТЫЕ

## ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ ХИМИЧЕСКИХ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ

Издание официальное

БЗ 7—2000

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским институтом «Кристалл»

ВНЕСЕН Госстандартом Российской Федерации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4 от 21 октября 1993 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Белоруссия | Госстандарт Белоруссии |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизская Республика | Киргизстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 1 июля 1998 г. № 268 межгосударственный стандарт ГОСТ 30037—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 1999 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2003 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1998
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ВЕЩЕСТВА ВЗРЫВЧАТЫЕ

## Общие требования к проведению химических и физико-химических анализов

Explosives. General requirements for carrying out chemical and physico-chemical analyses

Дата введения 1999—07—01

## 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к проведению химических и физико-химических анализов взрывчатых веществ (ВВ).

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

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

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8984—75 Силикагель-индикатор. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

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 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

## 3 ОПРЕДЕЛЕНИЯ

**Проба** — часть партии ВВ определенной массы, по составу соответствующая среднему химическому составу партии анализируемого ВВ и отобранная по нормативному документу (НД) на конкретное ВВ.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

**Навеска** — точно взвешенная часть пробы анализируемого ВВ, подвергающаяся в процессе анализа всем необходимым операциям.

**Анализируемый раствор** — раствор, содержащий навеску анализируемого ВВ.

**Стандартный раствор** — раствор, имеющий точно известную концентрацию определяемого вещества.

**Титрант** — стандартный раствор, применяемый для титрования в титриметрическом методе анализа.

**Искусственная смесь** — смесь всех компонентов анализируемого ВВ с точным содержанием определяемого компонента и не прошедшая какую-либо технологическую обработку перед анализом (перемешивание, расплавление, гомогенизацию и т.д.).

**Точка эквивалентности** — момент титрования, при котором количество прибавленного титранта эквивалентно количеству титруемого вещества согласно уравнению химической реакции.

**Степень разбавления** — значение, равное отношению общего объема раствора к его части, отобранной для анализа.

**Температурование** — приведение температуры раствора к заданной температуре.

**Раствор сравнения** — раствор, относительно которого проводится измерение.

**Свежеприготовленный раствор** — раствор, приготовленный не более чем за 8 ч до его применения, если нет других указаний в НД на метод анализа или конкретное ВВ (далее в тексте — НД на метод анализа).

**Сходимость результатов анализа** — качество выполнения анализа, отражающее близость друг к другу результатов анализа, проводимых в одинаковых условиях (в одной лаборатории, одним исполнителем, в близкий временной промежуток).

**Воспроизводимость результатов анализа** — качество выполнения анализа, отражающее близость друг к другу результатов анализов, проводимых в различных условиях (в разных лабораториях, разными исполнителями, в различное время).

Понятие «сразу» означает отрезок времени не более 30 с.

Понятие «около» при указании числового значения означает, что допустимое отклонение от номинального значения составляет ±20 %. Например, запись «около 5 г» означает, что масса навески может составлять от 4 до 6 г.

Отсутствие в методе анализа указания температуры при упоминании растворов означает, что используется раствор комнатной температуры. Комнатная температура — температура помещения, в котором проводится анализ, — 15—25 °С.

## 4 ТРЕБОВАНИЯ К ПРИМЕНЯЕМЫМ АППАРАТУРЕ, ПОСУДЕ, МАТЕРИАЛАМ И РЕАКТИВАМ

4.1 Для проведения анализа применяют мерную лабораторную стеклянную посуду не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227 (пипетки), ГОСТ 29251 (бюретки) и ГОСТ 1770 (цилиндры, мензурки, колбы и пробирки), стеклянную посуду и оборудование по ГОСТ 25336 (стаканы, колбы, воронки, фильтрующие тигли и воронки, эксикаторы, холодильники и др.), фарфоровую посуду и оборудование по ГОСТ 9147.

Мерная лабораторная посуда подлежит поверке по ГОСТ 25794.1 (приложение 2).

4.2 Допускается применение наряду с аппаратурой, посудой, материалами и реактивами, установленными в НД на метод анализа, другой аппаратуры, посуды, материалов и реактивов с техническими, метрологическими характеристиками и качеством не ниже указанных в НД на метод анализа.

4.3 Для приготовления растворов и при проведении анализов применяют дистиллированную или деионизированную воду, удовлетворяющую требованиям ГОСТ 6709, если в НД на метод анализа не предусмотрена другая (бидистиллят, вода, освобожденная от двуокиси углерода, или др.).

4.4 При приготовлении растворов и проведении анализов после каждого добавления реактива раствор перемешивают. При отсутствии указания о времени перемешивания перемешивание проводят в течение нескольких секунд.

4.5 В выражениях «разбавленная 1:1, 1:2» и т.д. и соотношениях (1:1), (1:2) и т.д. первые цифры обозначают объемные части разбавляемого реактива (например, концентрированной кислоты), вторые — объемные части растворителя (например, воды).

Если в НД на метод анализа не указана концентрация реактива, то применяют реактив концентрации, установленной в НД на него.

4.6 В качестве осушающего вещества в эксикаторах используют силикагель по ГОСТ 8984 или ГОСТ 3956 или прокаленный хлористый кальций.

4.7 Растворители, насыщенные тем или иным ВВ, готовят следующим образом: около 5 г ВВ

добавляют к 1 $дм^3$ растворителя, отмеренного цилиндром или мерным стаканом, и перемешивают при комнатной температуре механическим способом не менее 30 мин или выдерживают в течение суток, периодически перемешивая вручную. Перед применением раствор фильтруют через среднефильтрующий бумажный фильтр.

4.8 Приготовление растворов индикаторов — по ГОСТ 4919.1; приготовление вспомогательных реактивов и растворов — по ГОСТ 4517; приготовление буферных растворов — по ГОСТ 4919.2.

Указанными выше стандартами руководствуются, если нет других указаний в НД на метод анализа.

4.9 При проведении анализов применяют чистую посуду. Фильтрующие тигли и воронки, бывшие в употреблении, обрабатывают растворителем, применяемым в анализе, для проверки их фильтрующей способности.

## 5 ТРЕБОВАНИЯ К ПОДГОТОВКЕ ПРОБ К АНАЛИЗУ

5.1 Пробу ВВ, предназначенную для анализа и отобранную в соответствии с НД на него, усредняют перемешиванием или методом квартования или вычерпывания и отбирают необходимую для анализа массу.

5.2 Усреднение пробы перемешиванием

Пробу ВВ высыпают на гладкий лист бумаги (для сухих сыпучих ВВ) или отполированную поверхность алюминиевого листа и тщательно перемешивают лопаточкой или другим инструментом из цветного металла или другого неискрящего материала.

Пробу пластичных, пастообразных и не прошедших стадии гомогенизации эластичных ВВ перемешивают, разминая ее руками через полиэтиленовую пленку.

Пробу жидких ВВ перемешивают инструментом из цветного металла или неискрящего материала или мешалкой любого типа непосредственно в емкости, в которой она была принесена на анализ. В случае необходимости (при наличии твердой фазы или неоднородной жидкости) навеску на анализ отбирают при работающей мешалке.

5.3 Усреднение пробы методом квартования

Пробу ВВ высыпают на гладкий лист бумаги (для сухих сыпучих ВВ) или отполированную поверхность алюминиевого листа, тщательно перемешивают и разравнивают в виде круга или оформляют в виде конуса, который затем расплющивают до усеченного конуса. Затем пробу ВВ делят двумя диаметрами на четыре примерно равные секторы-кварты. Из двух противоположных секторов пробу отбрасывают, а оставшиеся части вновь перемешивают и квартуют, пока не получат остаток необходимой массы.

Допускается усреднение пробы проводить с использованием квартователей различного типа или любого механического делителя, обеспечивающего равномерность разделения пробы.

5.4 Усреднение пробы методом вычерпывания

Пробу ВВ высыпают на гладкий лист бумаги (для сухих сыпучих ВВ) или отполированную поверхность алюминиевого листа, тщательно перемешивают, разравнивают слоем толщиной не более 1 см и делят на несколько равных квадратов. Из центра квадратов в шахматном или ином порядке совком или шпателем, изготовленными из цветного металла или неискрящего материала, отбирают равными порциями необходимую для анализа массу, полностью вычерпывая по всей высоте слой пробы.

5.5 Для измельчения ВВ путем растирания используют ступку и пестик агатовые, яшмовые, халцедоновые, деревянные или (только для тротила и гранулитов) фарфоровые. Для измельчения гранулированных промышленных ВВ допускается использовать шаровую мельницу лабораторного типа.

Эластичные ВВ измельчают, нарезая на неметаллической поверхности остро отточенным ножом на мелкие кусочки или тонкие пластинки.

5.6 Если в НД на метод анализа предусмотрено одновременное квартование и измельчение растиранием в ступке пробы ВВ, то сначала проводят ее квартование примерно до массы, необходимой для проведения анализов с учетом параллельных определений, а затем измельчение. После измельчения всю массу анализируемого ВВ вновь тщательно перемешивают.

5.7 Для ВВ, анализ которых необходимо провести в течение ограниченного времени с момента его изготовления, необходимо указывать предельное время начала анализа (взвешивание навески ВВ и добавление растворителей или реактивов) в НД на конкретное ВВ.

## 6 ТРЕБОВАНИЯ К ВЗВЕШИВАНИЮ И РАСЧЕТУ МАСС НАВЕСОК ВВ

6.1 При проведении анализа все результаты взвешиваний на лабораторных весах по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г записывают в граммах до четвертого десятичного знака, если нет других указаний в НД на метод анализа.

6.2 При взвешивании негигроскопичных и нелетучих ВВ их помещают на предварительно взвешенный бумажный фильтр или во взвешенную посуду и взвешивают. Массу навески вычисляют по разнице масс фильтра (посуды) с навеской ВВ и пустого фильтра (посуды).

Допускается взвешивать ВВ в специально используемых для этих целей стаканчиках для взвешивания или лоточках из бумаги, кальки, фольги и др. материалов, которые тоже взвешивают после высыпания навески ВВ в необходимую для анализа посуду.

Допускается при взвешивании ВВ помещать их во взвешенную посуду с растворителем. В этом случае массу навески вычисляют по разнице масс посуды с растворителем и навеской ВВ и посуды с растворителем.

6.3 Гигроскопичные, высушенные при нагревании и легколетучие ВВ взвешивают в закрытой посуде: стаканчиках для взвешивания, колбах с пробками и т.д. — аналогично 6.2.

6.4 Для удобства рекомендуется навеску ВВ предварительно взвешивать на лабораторных весах с меньшей точностью, чем указано в НД на метод анализа, а затем окончательно взвешивать на весах 2-го класса точности.

## 7 ТРЕБОВАНИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗОВ ЭКСТРАКЦИОННО-ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

7.1 При подготовке бумажных фильтров к анализу их помещают в воронки, промывают 20—30 $см^3$ растворителя порциями по 5—10 $см^3$, заливая с краев фильтра для полного его смачивания, дают растворителю полностью стечь и сушат в сушильном шкафу при температуре 95—100 °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе с осушающим веществом 40—50 мин и взвешивают. При использовании органического растворителя бумажные фильтры перед сушкой выветривают 5—10 мин под вытяжной вентиляцией. Допускается высушивать бумажные фильтры до постоянной массы инфракрасной лампой.

7.2 Допускается промывать бумажные фильтры следующим образом: их помещают в стакан, полностью заливают растворителем и выдерживают в течение 20 мин. Затем фильтры извлекают из стакана, дают растворителю полностью стечь и далее сушат и охлаждают, как описано в 7.1.

7.3 В случае использования в анализе аппарата горячего экстрагирования (экстрактора, аппарата Сокслета, колбы с обратным холодильником) бумажные фильтры промывают растворителем также в аппарате горячего экстрагирования, время промывания — не менее 10 мин.

7.4 Бумажные фильтры должны быть промыты всеми теми растворителями, которые используют в анализе для обработки навески ВВ. Температура растворителей должна быть такой же, как при проведении анализа.

7.5 Фильтрующие воронки и тигли перед анализом растворителем не промывают. При использовании в анализе фильтрующих воронок или тиглей, набитых асбестом или другим фильтрующим материалом, подготовку их к анализу проводят аналогично 7.1. Асбест или другой фильтрующий материал помещают слоем 0,5—1,0 см и перед промывкой растворителем уплотняют.

7.6 После сушки ВВ, посуды и материалов их охлаждают в эксикаторе в течение 40—50 мин.

7.7 Массу следует считать постоянной, если разность результатов двух последующих взвешиваний не превышает 0,0010 г при использовании весов 2-го класса точности.

## 8 ТРЕБОВАНИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗОВ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

8.1 Приготовление титрованных растворов проводят по ГОСТ 25794.1 — ГОСТ 25794.3, если в НД на метод анализа нет других указаний по приготовлению титрованных растворов и установлению коэффициента поправки.

8.2 При проведении потенциометрического титрования применяют pH-метры или иономеры ЭВ-74 с парой электродов.

Подготовку прибора и электродов к работе проводят согласно паспорту или инструкции на прибор.

Работоспособность электродов проверяют по буферным растворам согласно паспорту или инструкции на прибор каждый раз при смене электродов.

8.3 Потенциометрическое титрование проводят при постоянном перемешивании раствора с помощью мешалки любого типа (магнитной или механической) или вручную. Титрант приливают в начале титрования порциями по 0,2—0,5 $см^3$ вблизи точки эквивалентности (наблюдается быстрое изменение потенциала при добавлении одинаковых порций титранта) одинаковыми порциями не более чем по 0,1 $см^3$.

После того, как будет отмечен скачок потенциала, продолжают титрование и делают еще 2—3 измерения.

Каждый раз измерение потенциала проводят после того, как его значение будет изменяться не более чем на 10 мВ в течение 15—30 с.

8.4 Эквивалентный объем при потенциометрическом титровании определяют графически методом касательных, строят кривую титрования в координатах: объем титранта в кубических сантиметрах — потенциал раствора в милливольтах (по показаниям прибора). Примеры графического определения эквивалентного объема при титровании анализируемого раствора и контрольном титровании растворителя приведены на рисунках 1 и 2.

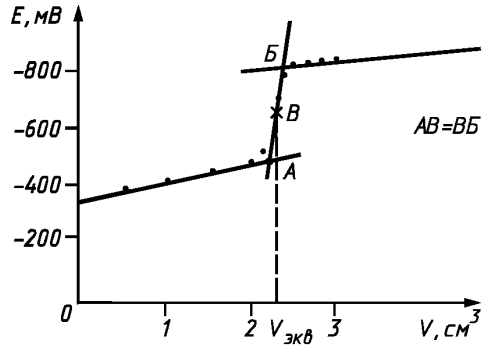


Рисунок 1 — Определение эквивалентного объема при титровании анализируемого раствора

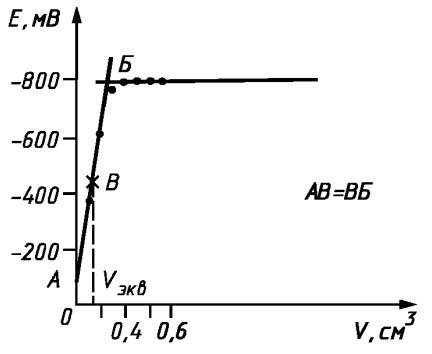


Рисунок 2 — Определение эквивалентного объема при контрольном титровании растворителя

Допускается эквивалентный объем определять по максимальному изменению потенциала при добавлении одинаковых порций титранта. При этом эквивалентный объем вычисляют как среднее арифметическое значение объемов, соответствующих крайним точкам максимального изменения потенциала.

Допускается определять эквивалентный объем по первой и второй производным.

8.5 Если в НД на метод анализа предусмотрено контрольное титрование растворителя или раствора, содержащего все реактивы, применяемые в анализе, кроме определяемого вещества, то число параллельных определений при проведении контрольного титрования должно соответствовать числу параллельных определений, указанному в НД на метод анализа.

При проведении контрольного титрования потенциометрически титрант приливают по каплям.

Контрольное титрование проводят каждый раз при смене партии растворителей или реактивов, применяемых в анализе.

8.6 Установку поправочного коэффициента к титранту и коэффициента титруемости определяемого вещества, контрольное титрование растворителя и анализ рекомендуется проводить при одинаковой температуре.

Если определения проводят при другой температуре, то вводят поправку на температуру к объему титранта, израсходованному на титрование.

Эту поправку для водных растворов учитывают в соответствии с ГОСТ 25794.1. Для неводных растворов эту поправку $\Delta V$, дм$^3$, вычисляют по формуле

$$\Delta V = \frac{\beta_2}{\beta_1} \cdot \Delta V_1 , \qquad (1)$$

где $\beta_2$ — коэффициент объемного расширения растворителя, применяемого для приготовления титранта, град$^{-1}$;

$\beta_1$ — коэффициент объемного расширения воды, град$^{-1}$;

$\Delta V_1$ — поправка для водных растворов, приведенная в приложении 1 ГОСТ 25794.1, дм$^3$.

Коэффициенты объемного расширения некоторых растворителей приведены в приложении А настоящего стандарта.

## 9 ТРЕБОВАНИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗОВ АБСОРБЦИОННЫМ СПЕКТРАЛЬНЫМ МЕТОДОМ

9.1 При проведении анализов абсорбционным спектральным (далее в тексте — спектральным) методом применяют фотоэлектроколориметры, спектрофотометры и ИК-спектрометры любого типа, позволяющие определять оптическую плотность анализируемого раствора в области, указанной в НД на метод анализа.

Подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции по эксплуатации. Перед началом работы и после ее окончания проверяют чистоту кювет и растворителя в аналитической области спектра, при этом кюветы заполняют используемым в анализе растворителем. При наличии полос поглощения, мешающих проведению анализа, кюветы моют, если это связано с их загрязнением, либо очищают растворители от примесей. Применяемые в анализе растворители рекомендуется предварительно обезвоживать.

9.2 При проведении анализов спектральным методом массу определяемого вещества в растворе чаще всего находят по градуировочному графику. Градуировочный график строят по стандартным растворам или искусственным смесям. На оси абсцисс откладывают массу определяемого вещества в граммах или других единицах измерения, а на оси ординат — оптическую плотность раствора.

Растворы для построения градуировочного графика следует готовить в условиях проведения анализа. Анализируемые растворы перед измерением оптической плотности выдерживают при температуре (20±2) °С в течение 15—20 мин. Градуировочный график в спектральном анализе должен быть построен по партии вещества, которая анализируется, если нет других указаний в НД на метод анализа.

9.3 Градуировочный график проверяют один раз в квартал, если нет других указаний в НД на метод анализа, а также в случае смены реактивов, приборов или после ремонта приборов. Градуировочный график проверяют по двум стандартным растворам или искусственным смесям методом «введено — получено». Полученный результат может отличаться от расчетного не более чем на $0{,}7d$, где $d$ — допускаемое расхождение между результатами параллельных определений, указанное в НД на метод анализа.

9.4 Допускается массу определяемого вещества $m$, г (мг, мкг), вычислять по уравнению градуировочного графика, рассчитанному по методу наименьших квадратов

$$m = \frac{D - A}{B}, \tag{2}$$

где $D$ — оптическая плотность анализируемого раствора;
$A$ и $B$ — коэффициенты градуировочного графика, вычисляемые по формулам:

$$A = \frac{\Sigma D_i - B\,\Sigma m_i}{n}, \tag{3}$$

$$B = \frac{n\Sigma\,(m_i\,D_i) - \Sigma m_i\,\Sigma D_i}{n\Sigma m_i^2 - (\Sigma m_i)^2}, \tag{4}$$

где $D_i$ — оптическая плотность стандартного раствора с массой определяемого вещества $m_i$;
$m_i$ — масса определяемого вещества, содержащаяся в $i$-м стандартном растворе, г (мг, мкг);
$n$ — количество точек градуировочного графика.

9.5 Оптическую плотность растворов при построении градуировочного графика и при проведении анализа определяют для одного и того же раствора по два раза, не вынимая кювету из кюветного отделения прибора. В случае ИК-спектроскопии спектр снимают два раза и оптическую плотность раствора определяют методом базисной линии. Примеры проведения базисной линии и расчета оптической плотности $D$ раствора по ИК-спектру приведены на рисунке 3 (при этом $J$ и $J_0$ измеряют в миллиметрах). Проведение базисной линии при построении градуировочного графика и при проведении анализа должно быть одинаковым. Оптическую плотность для каждого раствора вычисляют как среднее арифметическое значение результатов двух измерений.

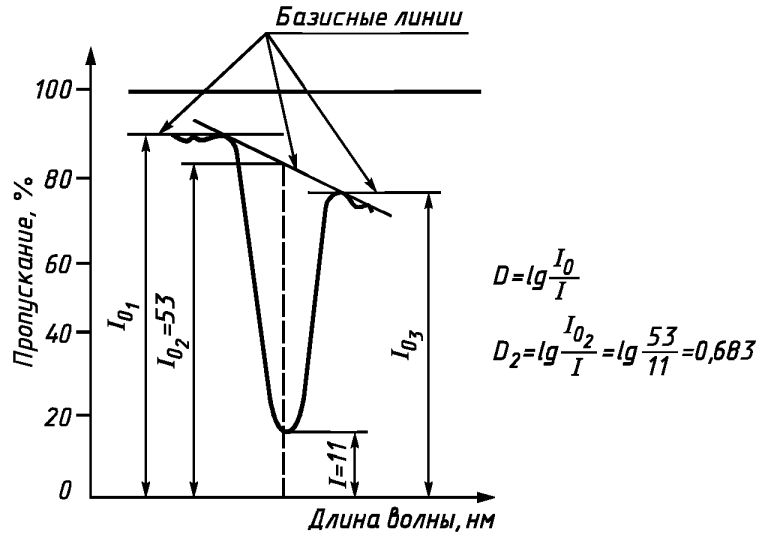


Рисунок 3 — Примеры проведения базисной линии и расчета оптической плотности раствора по ИК-спектру

9.6 Если массовая доля влаги в анализируемой пробе превышает допустимую норму, она должна быть предварительно высушена.

## 10 ТРЕБОВАНИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗОВ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

10.1 При проведении анализов газохроматографическим методом применяют хроматографы любого типа с пламенно-ионизационным или селективным детектором или детектором по теплопроводности (катарометром), указанным в НД на метод анализа.

Подготовку хроматографов к анализу проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

При работе с хроматографом должны быть выполнены все требования безопасности, необходимые при работе со сжатыми газами, водородом и электрическим напряжением 500 В.

10.2 При проведении анализов газохроматографическим методом используют металлические или стеклянные набивные колонки или капиллярные колонки.

Подготовку колонок проводят следующим образом: тщательно промытую и высушенную колонку заполняют сорбентом, засыпая его небольшими порциями через воронку, прилагаемую к хроматографу. При этом один конец колонки закрывают стеклянной ватой. Сорбент в колонке должен быть равномерно уплотнен, для чего используют вакуум.

После заполнения колонки сорбентом ее открытый конец закрывают стеклянной ватой, устанавливают колонку в хроматограф и термируют ее в соответствии с НД на метод анализа до установления стабильной нулевой линии.

10.3 При расчетах в хроматографии площадь пика $S$, мм$^2$, вычисляют по формуле

$$S = h\,\mu_{1/2}, \qquad (5)$$

где $h$ — высота пика, мм;

$\mu_{1/2}$ — ширина пика на середине его высоты, мм.

Ширину пика измеряют от внутреннего края линии, прочерченной пером самописца, с одной стороны пика до внешнего края линии с другой стороны пика. Ширину пика измеряют измерительной лупой, а высоту — линейкой. Пример измерения высоты и ширины пика приведен на рисунке 4.

Расчет площадей (высот) пиков и массовой доли определяемого вещества допускается производить с помощью автоматических приставок, прилагаемых к хроматографам.

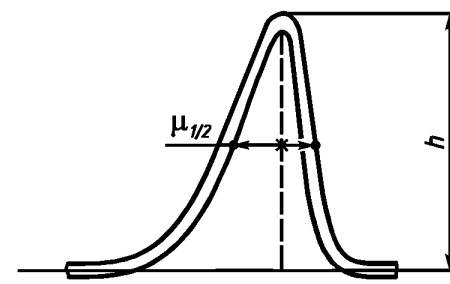


Рисунок 4 — Пример измерения высоты и ширины пика

Обработку результатов газохроматографических анализов проводят методом, указанным в НД на метод анализа.

## 11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

11.1 За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных определений.

11.2 Если расхождение между результатами параллельных определений превышает допускаемое расхождение, указанное в НД на метод анализа, то проводят дополнительное параллельное определение. Результат анализа вычисляют как среднее арифметическое значение результатов тех параллельных определений, которые не превышают допускаемое расхождение.

11.3 Числовое значение каждого из результатов параллельных определений вычисляют с точностью, на один десятичный знак большей, чем число десятичных знаков в значении допускаемого расхождения между результатами параллельных определений. Например, при допускаемом расхождении между результатами параллельных определений 0,3 % результат каждого параллельного определения вычисляют с точностью до сотой доли процента.

Среднее арифметическое значение округляют до требуемого числа десятичных знаков, соблюдая следующее правило:

числа 1, 2, 3 и 4 округляют до нуля;

числа 5, 6, 7, 8 и 9 округляют до 10.

11.4 Числовое значение конечного результата должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и норма определяемого показателя, указанная в разделе «Технические требования» стандартов или технических условий на конкретное ВВ.

*ПРИЛОЖЕНИЕ А*
*(справочное)*

**Коэффициенты объемного расширения растворителей**

Таблица А.1

| Наименование растворителя | Коэффициент объемного расширения, $град^{-1}$ |
|---|---|
| Вода | $0{,}207 \cdot 10^{-3}$ |
| Ацетон | $1{,}487 \cdot 10^{-3}$ |
| Спирт изопропиловый | $1{,}094 \cdot 10^{-3}$ |
| Кислота уксусная | $0{,}171 \cdot 10^{-3}$ |
| Спирт метиловый | $1{,}259 \cdot 10^{-3}$ |
| Бензол | $1{,}237 \cdot 10^{-3}$ |

УДК 662.216:006.354 МКС 71.100.30 Л79 ОКСТУ 7209

Ключевые слова: вещества взрывчатые, анализ, проба, навеска, раствор

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И.Кануркина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 23.01.2004. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,00.
Тираж 93 экз. С 529. Зак. 113.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http: //gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru