

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.06.88 г. № 2477

Дата введения 01.01.89

Наименование стандарта. Заменить код ОКП: 26 1212 0064 на 26 1212 0004. Вводная часть. Последний абзац исключить.

Пункт 1.2. Заменить значения: «1,830—1,835 г/см³» на «около 1,83 г/см³».

Пункт 1.3. Заменить слово: «ос. ч.» на «особой чистоты»; кроме табл. 1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки	
	ос. ч. 11—5 ОКП 26 1212 0044 08	ос. ч. 5—5 ОКП 26 1212 0034 10
1. Внешний вид	Испытание по п. 3.2	
2. Массовая доля серной кислоты (H ₂ SO ₄), %	93,5—95,6	93,5—95,6
3. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	5·10 ⁻⁴	5·10 ⁻⁴
4. Массовая доля аммония (NH ₄), %, не более	1·10 ⁻⁴	1·10 ⁻⁴
5. Массовая доля алюминия (Al), %, не более	5·10 ⁻⁶	Не нормируется
6. Массовая доля висмута (Bi), %, не более	1·10 ⁻⁶	Не нормируется
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	3·10 ⁻⁶	1·10 ⁻⁵
8. Массовая доля кадмия (Cd), %, не более	2·10 ⁻⁶	Не нормируется
9. Массовая доля кобальта (Co), %, не более	1·10 ⁻⁶	Не нормируется
10. Массовая доля меди (Cu), %, не более	5·10 ⁻⁷	5·10 ⁻⁷
11. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	1·10 ⁻⁶	1·10 ⁻⁶
12. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	5·10 ⁻⁷	5·10 ⁻⁷
13. Массовая доля нитратов (NO ₃), %, не более	2·10 ⁻⁵	2·10 ⁻⁵
14. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	5·10 ⁻⁶	1·10 ⁻⁵
15. Массовая доля селена (Se), %, не более	1·10 ⁻⁴	1·10 ⁻⁴
16. Массовая доля серебра (Ag), %, не более	1·10 ⁻⁶	Не нормируется
17. Массовая доля сурьмы (Sb), %, не более	1·10 ⁻⁵	1·10 ⁻⁵

Наименование показателя	Норма для марки	
	ос. ч. 11—5 ОКП 26 1212 0044 03	ос. ч. 5—5 ОКП 26 1212 0034 10
18. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$
19. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	$5 \cdot 10^{-6}$	Не нормируется

Примечание. При вычислении числа и суммы примесей для установления марок не учитывают показатели 3, 4, 11, 13, 15, 18 табл. 1».

Пункт 2.2 изложить в новой редакции:

«2.2. Массовые доли селена и сурьмы изготовитель определяет периодически в каждой 10-й партии».

Пункт 3.1а. Заменить ссылку: СТ СЭВ 804—77 на ГОСТ 27025—86;

дополнить абзацами: «При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг».

Допускается применение импортной аппаратуры и посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 3.1. Заменить значение: 5600 г на 1500 г.

Пункт 3.2. Первый абзац после слов «диаметром 20 мм» дополнить ссылкой: «(по ГОСТ 25336—82)».

Пункты 3.3.1—3.3.3 изложить в новой редакции:

«3.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 1 (2)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—500—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1 (3)—250 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Смешанный индикатор (метиловый красный и метиленовый голубой); готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

3.3.2. Проведение анализа

Около 1,0000 г препарата взвешивают в запаянной ампуле (или в пипетке Лунге) и помещают в колбу, содержащую 200 см³ воды. Ампулу разбивают стеклянной палочкой с плоским концом и содержимое колбы перемешивают. К раствору прибавляют 5 капель смешанного индикатора и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления зеленой окраски.

3.3.3. Обработка результатов

Массовую долю серной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,02452 \cdot K \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия концентрации 0,5 моль/дм³;

0,02452 — масса серной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации 0,5 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г.

Допускается определять массовую долю серной кислоты в присутствии индикатора метилового оранжевого (до появления желтой окраски).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,4$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Первый абзац до слова «значительно» изложить в новой редакции: «90 см³ препарата (160 г), взятого по объему цилиндром (2(4)—100 по ГОСТ 1770—74) с погрешностью не более 1,0 см³, выпаривают в кварцевой чаше (ГОСТ 19908—80) вместимостью 100 см³, предварительно прокаленной при 600 °С до постоянной массы и взвешенной (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Для этого чашу с половиной объема препарата помещают в плоскодонную кварцевую чашу»;

второй абзац. Заменить слова: «чашка» на «чаша» (5 раз); «беззольного» на «обеззоленного»;

третий абзац. Заменить слово: «чашку» на «чашу»;

дополнить абзацами:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 40 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.5 изложить в новой редакции:

«3.5. Определение массовой доли аммония

Определение проводят по ГОСТ 24245—80. При этом 5,4 см³ препарата (10 г), взятого пипеткой (6 (7)—2—10 по ГОСТ 20292—74) с погрешностью не более 0,1 см³, осторожно помещают в коническую колбу (ГОСТ 25336—82) вместимостью 100 см³ с меткой на 50 см³, содержащую 10 см³ воды. Раствор охлаждают и нейтрализуют (при охлаждении) по универсальной индикаторной бумаге раствором гидроокиси натрия с массовой долей 30 %, не содержащим NH₄ (готовят по ГОСТ 4517—87). После охлаждения объем раствора доводят водой до 50 см³ и перемешивают. Далее определение проводят по ГОСТ 24245—80.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса аммония не будет превышать 0,01 мг.

Пункты 3.5.1, 3.5.2, 3.5.2.1, 3.5.3, 3.5.3.1, 3.6, 3.6.1, 3.6.2, 3.6.2.1, 3.6.2.2, 3.6.2.3, 3.7, 3.7.1, 3.7.2, 3.7.3, 3.7.4, 3.8, 3.8.1, 3.8.2, 3.8.2.1, 3.8.3, 3.8.3.1 исключить.

Пункт 3.9.1. Наименование. Заменить слово: «приборы» на «аппаратура»; первый абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %»;

второй абзац. Заменить слова: «5 %-ным раствором уксуснокислого свинца» на «раствором уксуснокислого свинца с массовой долей 5 %»;

третий абзац. Заменить слово: «литр» на «кубический дециметр»,

четвертый абзац. Заменить слова: «0,05 н раствор» на «раствор концентрации $c(1/2J_2) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.)»; готовят по ГОСТ 25794.2—83»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Калий сурьма (III) оксид тартрат 0,5-водный (калий-антимонил виннокислый), ч., раствор с массовой долей 0,27 %»;

восьмой абзац. Заменить слова: «1,7 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1,7 %»;

девятый абзац. Заменить слова: «5 н. раствор» на «раствор концентрации $c(1/2 H_2SO_4) = 5$ моль/дм³ (5 н.)»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «1 н. раствор» на «раствор с массовой долей 8,5 %»;

двенадцатый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «Олово (II) хлорид 2-водное, раствор с массовой долей 10 %; готовят следующим образом: 10 г 2-водного хлорида олова (II)»;

тринадцатый абзац. Заменить значение: 0,01 на 0,001;

пятнадцатый абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %»;

шестнадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 989—75»;

семнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр СФ-46 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками»;

дополнить абзацами:

«Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4 (5)—2—1 (2), 6 (7)—2—5 (10) и 6 (7)—2—25 по ГОСТ 20232—74.

Пробирка П-3—5 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 2—5 (10), 1 (3)—50 и 1 (3)—100 по ГОСТ 1770—74.

Пункт 3.9.2.1. Исключить слова: «вместимостью 250 см³», «конусообразную (центрифужную)»; чертёж 1. Заменить значение: 100 на 55.

Пункт 3.9.2.2. Заменить слова: «отгонки мышьяковистого водорода» на «определения мышьяка»; «двухлористого олова 2-водного» на «2-водного хлорида олова (II)»; «до исчезновения окраски йода. Объем каждого раствора доводят водой до 2,4 см³» на «пипеткой до исчезновения окраски йода, отмечая добавленный объем аскорбиновой кислоты. Объем каждого раствора доводят водой пипеткой до 2,4 см³ (объем воды по расчету)»; «концентрация» на «масса, мг»; исключить слова: «конусообразные центрифужные».

Пункт 3.9.3. Первый абзац. Заменить слова: «19 см³ препарата (33 г), взятые по объему с погрешностью не более 0,1 см³» на «27 см³ препарата (50 г), взятые по объему цилиндром с погрешностью не более 1 см³»; «олова двухлористого 2-водного» на «2-водного хлорида олова (II)»; «отгонки мышьяковистого водорода» на «определения мышьяка»; исключить слово: «конусообразную»; после слов «отделяют от прибора» изложить в новой редакции: «для определения мышьяка и далее определение проводят, как описано в п. 3.9.2.2»;

второй абзац исключить;

последний абзац. Заменить значение: 0,001 мг на 0,0005 мг;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 50 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 40 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.9.3.2 изложить в новой редакции:

«3.9.3.2. Допускается определять массовую долю мышьяка по ГОСТ 4204—77 методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка определение проводят спектрофотометрически».

Пункт 3.10.1. Наименование изложить в новой редакции:

«3.10.1. Реактивы, растворы и аппаратура»;

третий абзац. Заменить слова: «ос. ч.» на «особой чистоты»;

четвертый абзац до слова «приливают» изложить в новой редакции: «Олово (II) хлорид 2-водное, раствор с массовой долей 0,3 %, готовят следующим образом: 0,30 г 2-водного хлорида олова (II) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³»;

пятый — десятый абзацы изложить в новой редакции:

«1, 2, 5, 8-тетрагидроксиантрахинон (хинализарин), ч. д. а., раствор в серной кислоте с массовой долей 0,035 %; готовят следующим образом: 0,060 г хинализарина взвешивают в стаканчике, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ с помощью нескольких кубических сантиметров серной кислоты, закрывают колбу пробкой и осторожно взбалтывают содержимое колбы до полного растворения хинализарина. Затем доводят объем раствора серной кислотой до метки, закрывают колбу пробкой и перемешивают.

Реактив на нитраты; готовят следующим образом: 5 см³ раствора хианализарина, взятые с помощью сухой пипетки, помещают в сухую мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора серной кислотой до метки и перемешивают.

Раствор, содержащий NO₃; готовят следующим образом: 0,0073 г азотно-кислого калия взвешивают в стаканчике, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ раствором хианализарина. Колбу закрывают пробкой и содержимое тщательно перемешивают до полного растворения азотнокислого калия. Затем доводят объем раствора до метки раствором хианализарина и перемешивают. 5 см³ этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора серной кислотой до метки и тщательно перемешивают. Полученный раствор содержит 0,01 мг NO₃ в 1 см³»;

дополнить абзацами:

«Колба 2—50—2 и 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 4 (2)—2—1, 6 (7)—2—5 и 6 (7)—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Пробирка ПП-45-КШ 14/23 по ГОСТ 19908—80.

Стаканчик по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1 (3)—25 и 1 (3)—50 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.10.2. Первый и второй абзацы изложить в новой редакции:

«27 см³ препарата (50 г), взятого по объему цилиндром с ценой деления 1 см³, помещают в сухую кварцевую пробирку.

Готовят раствор сравнения. Для этого во вторую такую же пробирку вводят 0,1 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II), прибавляют 27 см³ раствора анализируемого препарата и закрывают пробирку пробкой. Содержимое осторожно перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение 20 мин. Затем сухой пипеткой с ценой деления 0,01 см³ вводят в эту пробирку 1 см³ раствора, содержащего NO₃, закрывают пробирку пробкой и перемешивают. Одновременно в пробирку с анализируемым раствором прибавляют 1 см³ реактива на нитрат, закрывают пробкой и перемешивают. Выдерживают содержимое обеих пробирок в течение 20 мин. Затем в пробирку с анализируемым раствором вводят 0,1 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II), закрывают пробирку пробкой и перемешивают. Далее сравнивают окраски анализируемого раствора и раствора сравнения по оси пробирок на фоне молочного стекла».

Пункт 3.10.2.1. Второй абзац. Заменить значение: 0,0046 мг на 0,005 мг.

Пункт 3.11.1. Наименование изложить в новой редакции:

3.11.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*»;

первый абзац. Исключить слова: «25 %-ный раствор»;

четвертый абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %»;

дополнить абзацами: «Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4 (5)—2—1 (2) и 6 (7)—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Стакан В (Н)-1—25 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1 (3)—25 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.11.2. Первый и второй абзацы изложить в новой редакции:

«5,5 см³ препарата (10 г), взятого по объему пипеткой с погрешностью не более 0,1 см³, помещают в стакан, содержащий 5 см³ воды. Полученный раствор осторожно по каплям пипеткой переносят при перемешивании в коническую колбу (с меткой на 30 см³), содержащую 12 см³ раствора аммиака и погруженную в холодную воду. Раствор охлаждают, доводят водой до метки, нейтрализуют по лакмусовой бумаге до слабокислой реакции, прибавляют 0,6 см³ раствора соляной кислоты, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты и перемешивают.

Одновременно в таких же колбах и в таком же объеме готовят растворы сравнения, содержащие 0; 0,005; 0,010; 0,020 мг Se, 0,6 см³ раствора соляной кислоты и 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора на фоне молочного стекла не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного

С. 6 ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 14262—78

одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме 0,01 мг Se, 0,6 см³ раствора соляной кислоты и 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты»;
дополнить абзацем:
«Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 50\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункты 3.12, 3.12.1, 3.12.2, 3.12.3, 3.12.3.1, 3.12.3.2 исключить.

Пункт 3.13.1. Наименование. Заменить слово: «приборы» на «аппаратура»;
второй абзац изложить в новой редакции:
«Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87»;
четвертый абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.)»;
пятый и шестой абзацы исключить;
дополнить абзацами: «Колба Кн-2—100—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.
Пипетки 4 (5)—2—1 (2), 6 (7)—2—5 и 6 (7)—2—25 по ГОСТ 20292—74.
Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.13.2 изложить в новой редакции:
«3.13.2. Проведение анализа
11 см³ препарата (20 г), взятого по объему пипеткой с погрешностью не более 0,2 см³, осторожно перемешивая, помещают в коническую колбу (с меткой на 50 см³), содержащую 25 см³ воды. Раствор охлаждают, погружая колбу в холодную воду со льдом, затем прибавляют 4 см³ раствора азотной кислоты, 2 см³ раствора азотнокислого серебра, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.
Одновременно в таких же колбах и в таком же объеме готовят растворы сравнения, содержащие 0; 0,005; 0,010; 0,020 мг Cl, 4 см³ раствора азотной кислоты и 2 см³ раствора азотнокислого серебра
Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 20 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме 0,01 мг Cl, 4 см³ раствора азотной кислоты и 2 см³ раствора азотнокислого серебра.
Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 50\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.13.2.1 исключить.

Пункт 3.13.2.2 изложить в новой редакции:
«3.13.2.2. Анализ следует проводить в помещении, где отсутствуют пары соляной кислоты и ее легколетучих солей».

Пункт 3.14. Наименование. Исключить слова: «золота; кальция; магния; марганца».

Пункт 3.14.1. Первый абзац изложить в новой редакции:
«Спектрограф типа ИСП-28 с трехлинзовой системой освещения (изображение источника света сфокусировано в фокальной плоскости щели) и трехступенчатым ослабителем»;
шестой абзац изложить в новой редакции:
«Весы торсионные марки ВТ с ценой деления 1 мг и предельной нагрузкой 500 мг»;
дополнить абзацами (после девятого):
«Допускается применение других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.
Бюретка 2—2—25—0,1 по ГОСТ 20292—74.
Колбы 2—1000—2, 2—2000—2 по ГОСТ 1770—74.
Пипетка 6 (7)—2—10 по ГОСТ 20292—74
Ступка с пестиком из органического стекла.
Цилиндр 1 (3)—25 по ГОСТ 1770—74.
Чаша 40 (50) по ГОСТ 19908—80»;
двенадцатый абзац изложить в новой редакции:

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 14262—78 С. 7

«Фотопластинки спектральные типа 2 чувствительностью 16 относительных единиц, типа ЭС чувствительностью 7 относительных единиц и УФШ-3», тринадцатый абзац изложить в новой редакции:

«Алюминий окись, ч. д. а.»;

пятнадцатый и шестнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Железо (III) оксид.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83»;

семнадцатый абзац исключить;

двадцатый и двадцать первый абзацы изложить в новой редакции:

«Натрий сульфит 7-водный.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77»;

двадцать третий абзац изложить в новой редакции: «Кобальта (II, III) окись по ГОСТ 4467—79»;

двадцать седьмой абзац исключить;

двадцать восьмой абзац изложить в новой редакции:

«Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86»;

двадцать девятый абзац исключить;

тридцать третий абзац после слова «свинца» дополнить обозначением: «(II)»;

тридцать четвертый абзац изложить в новой редакции: «Сурьма (III) оксид, х. ч.»;

дополнить абзацами (после тридцать пятого):

«Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556—81.

Фильтры обеззоленные»;

тридцать шестой абзац исключить;

тридцать восьмой абзац. Заменить слова: «7-водного сернистокислого натрия» на «7-водного сульфита натрия (или 52 г сернистокислого натрия);

тридцать девятый абзац перед словом «серноватистокислого» дополнить словами: «5-водного».

Пункт 3.14.2 изложить в новой редакции:

«3.14.2. *Приготовление образцов сравнения*

Образцы готовят на основе порошкового графита. Для каждой марки серной кислоты готовят свою серию образцов.

Головные образцы готовят смешиванием рассчитанных масс окислов определяемых элементов и порошкового графита.

Серебро в образцы вводят в виде раствора.

Головные образцы каждой серии, а также образцы, в которые вводят раствор серебра, растирают в течение 3 ч. Последующие образцы готовят разбавлением предыдущих порошковым графитом. Смешение и растирание образцов проводят на механическом смесителе в течение 30 мин (можно проводить смешивание вручную в ступке в течение 1 ч.).

Схемы приготовления образцов сравнения для препарата марок ос. ч. 11—5 и ос. ч. 5—5 приведены соответственно в табл. 3 и 4.

При этом для марки ос. ч. 11—5 образцы № 2 и 3 получают разбавлением соответственно образцов № 1 и 2 в 10 раз; образец № 4 — разбавлением образца № 3 в 3,3 раза; образец № 5 — разбавлением образца № 4 в 3 раза; образец № 6 — разбавлением образца № 5 в 2 раза. Для марки ос. ч. 5—5 образец № 2 получают разбавлением образца № 1 в 10 раз; образец № 3 — разбавлением образца № 2 в 5 раз; образец № 4 — разбавлением образца № 3 в 3,3 раза; образец № 5 — разбавлением образца № 4 в 3 раза; образец № 6 — разбавлением образца № 5 в 10 раз.

Пункты 3.14.2.1 и 3.14.2.2 исключить.

Пункт 3.14.3 и 3.14.4 изложить в новой редакции:

«3.14.3. *Подготовка анализируемой пробы*

В три кварцевые чаши помещают по 5,4 см³ препарата (10 г), взятые по объему бюреткой или пипеткой с погрешностью не более 0,1 см³. В каждую

Схема приготовления серии образцов сравнения для препарата
марки ос. ч. 11—5 (коэффициент обогащения равен 500)

Определяемая примесь	Головной образец №1			Массовая доля примесей, %, для образцов				
	Масса вводимого соединения, мг	Массовая доля примеси, %	Масса вводимого соединения, мг	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5	№ 6
Алюминий Al_2O_3	235	2,5	—	$2,5 \cdot 10^{-1}$	$2,5 \cdot 10^{-2}$	$7,5 \cdot 10^{-3}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$1,25 \cdot 10^{-3}$
Висмут Bi_2O_3	28	$5 \cdot 10^{-1}$	—	$5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^{-4}$
Железо Fe_2O_3	143	2	—	$2 \cdot 10^{-1}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$
Кадмий CdO	285	5	—	$5 \cdot 10^{-1}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$
Кобальт Co_3O_4	34	$5 \cdot 10^{-1}$	—	$5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^{-4}$
Медь CuO	31	$5 \cdot 10^{-1}$	—	$5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^{-4}$
Никель NiO	32	$5 \cdot 10^{-1}$	—	$5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^{-4}$
Свинец PbO	135	2,5	—	$2,5 \cdot 10^{-1}$	$2,5 \cdot 10^{-2}$	$7,5 \cdot 10^{-3}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$1,25 \cdot 10^{-3}$
Сурьма Sb_2O_3	300	5	—	$5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$
Цинк ZnO	620	10	—	1	$1 \cdot 10^{-1}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$
Серебро —	—	—	Ag (раствор) 2,5	$5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^{-4}$
Графит порошковый	3157	—	—	—	—	—	—	—

Примечание. После добавления в образец № 2 раствора, содержащего серебро, образец высушивают в сушильном шкафу при $70^\circ C$.

Таблица 4

Схема приготовления серии образцов сравнения для препарата
марки ос. ч. 5—5 (коэффициент обогащения равен 500)

Определяемая примесь	Головной образец № 1		Массовая доля примесей, %, для образцов				
	Масса вводимого соединения, мг	Массовая доля примеси, %	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5	№ 6
Железо Fe ₂ O ₃	720	10	1	2·10 ⁻¹	6·10 ⁻²	2·10 ⁻²	2·10 ⁻³
Медь CuO	62	1	1·10 ⁻¹	2·10 ⁻²	6·10 ⁻³	2·10 ⁻³	2·10 ⁻⁴
Никель NiO	64	1	1·10 ⁻¹	2·10 ⁻²	6·10 ⁻³	2·10 ⁻³	2·10 ⁻⁴
Свинец PbO	540	10	1	2·10 ⁻¹	6·10 ⁻²	2·10 ⁻²	2·10 ⁻³
Сурьма Sb ₂ O ₃	600	10	1	2·10 ⁻¹	6·10 ⁻²	2·10 ⁻²	2·10 ⁻³
Графит порошковый	3014	—	—	—	—	—	—

чашу прибавляют 20 мг порошкового графита, затем ставят на электроплитку и выпаривают досуха (до удаления паров серной кислоты). Полученные концентраты проб подвергают спектральному анализу.

3.14.4. Проведение анализа

В каналы электродов (анодов) на дно вносят по 1 мг хлористого натрия, затем сверху — полученные концентраты проб или по 20 мг образцов № 6, 5, 4 соответствующей серии. Допускается использовать образцы сравнения для препарата марки ос. ч. 11—5 при анализе препарата марки ос. ч. 5—5. Готовят не менее трех параллельных проб для каждого образца.

Условия съемки спектрограммы:

ширина щели спектрографа — 0,012 мм;

время экспозиции — 30 с;

сила постоянного тока — 8—10 А;

сила переменного тока — 14—16 А;

высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы — 5 мм.

Перед съемкой угольные электроды протирают спиртом и обжигают в дуге постоянного тока при силе тока 12 А или в дуге переменного тока при силе тока 18 А в течение 15 с.

Перед съемкой и проведением обжига электродов камеру штатива, а также рабочее место набивки электродов протирают ватным тампоном, смоченным в этиловом спирте».

Пункт 3.14.5. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Аналитические линии, нм:

алюминий — 257,5; 308,2; 309,2;

висмут — 306,7;

железо — 259,9; 302,0; 304,8;

кадмий — 288,8; 326,1;

кобальт — 242,4; 304,4; 345,3;

медь — 327,4;

никель — 305,0;

свинец — 283,3;

сурьма — 259,8;

цинк — 213,8; 334,5;

серебро — 328,0;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Находят среднее арифметическое разностей почернений $\Delta S = S_{пр} - S_{ф}$ для всех образцов сравнения и строят градуировочный график в координатах $\Delta S - \lg C$, где C — массовая доля примесей в процентах в образцах сравнения. По градуировочному графику находят массовую долю примесей в процентах в концентратах. Разделив это значение на коэффициент обогащения (500), получают массовую долю примесей в процентах в серной кислоте.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 100 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 50 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.15.1. Второй абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»;

третий абзац. Заменить слова: «к 100 мл кислоты прибавляют 30 см³ хлороформа» на «100 см³ кислоты помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336—82), прибавляют 30 см³ хлороформа»;

пятый абзац. Заменить слова: «10 н. раствор» на «раствор концентрации c ($1/2$ H₂SO₄) = 10 моль/дм³ (10 н.)»;

шестой абзац. Заменить значение: 0,0005 мг на 0,005 мг;

дополнить абзацами (после седьмого):

«Азот жидкий по ГОСТ 9293—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72»;

восьмой абзац дополнить словами: «спектрометр СДЛ-1 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками»;

дополнить абзацами:

«Пипетки 4 (5)—2—1 и 6 (7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Тигель высокий из платины 100—1 по ГОСТ 6563—75.

Цилиндр 1 (3)—100 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.15.2 до слов «бромистоводородной кислоты» изложить в новой редакции: «В два платиновых тигля помещают по 2,8 см³ препарата (5 г), взятого по объему пипеткой с погрешностью не более 0,1 см³, добавляют по 0,2 см³ азотной кислоты и в одну из них — 0,1 см³ раствора, содержащего 0,005 мг/см³ сурьмы. Растворы выпаривают на плитке. Остатки после выпаривания смывают по 5 см³ раствора серной кислоты и добавляют к этим растворам по 0,2 см³ раствора йодистого калия. Облучают растворы под светом лампы ОИ-18 без светофильтра в течение 25 мин. Растворы переносят в кварцевую делительную воронку вместимостью 10—15 см³ и экстрагируют сурьму из растворов 1 см³ бензола и реэкстрагируют 2 см³ воды. Реэкстракты сливают в платиновые тигли, прибавляют по 0,1 см³ азотной кислоты и выпаривают на водяной бане. Остатки после выпаривания смывают по 0,5 см³».

Пункт 3.15.3. Исключить слово: «в препарате»; заменить значение: 10⁻⁶ на 10⁻⁵;

дополнить абзацами:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 100 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 50 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.15.2.1. Заменить значение: 0,0005 мг на 0,005 мг.

Пункт 3.16.1. Первый и второй абзацы изложить в новой редакции:

«Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147—80, ос. ч. 17—4.

Боратный буферный раствор с рН 8,0; готовят по ГОСТ 4919.2—77 с использованием раствора тетраборнокислого натрия, приготовленного следующим образом: 12,367 г борной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ (по ГОСТ 1770—74), добавляют из бюретки вместимостью 100 см³ (ГОСТ 20292—74) 100 см³ раствора гидроксида натрия, тщательно перемешивают и доводят объем раствора водой до метки»;

пятый абзац изложить в новой редакции:

«Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, раствор концентрации $c(\text{HCl})=0,1$ моль/дм³»;

шестой абзац. Заменить слова: «1 н. раствор» на «раствор концентрации $c(\text{NaOH})=1$ моль/дм³ (1 н); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

седьмой абзац исключить;

восьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

девятый абзац. Заменить слова: «готовят 0,01 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 0,01 %»; «0,001 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,001 %»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %»;

последний абзац до слов «или установка» изложить в новой редакции: «Флуориметр КФЛ-2-1 М со светофильтрами: первичный — СЗС-21+ФС-6, вторичный — ЖС-4+ЖС-17 или флуориметр «Квант» с теми же светофильтрами»;

дополнить абзацами:

«Пипетки 6 (7)—2—5 и 4 (5)—2—1 по ГОСТ 20292—74.

Пробирка ПП-6—КШ 5/13 по ГОСТ 19908—80.

Чаша 20 или тигель В (Н)-10 по ГОСТ 19908—80».

Пункт 3.16.2. Первый абзац. Заменить слово: «чашки» на «чаши (или тигли)» (2 раза); «чашку» на «чашу»; «(5 г) препарата, взятые» на «препарата (5 г), взятого по объему пипеткой»;

второй абзац. Исключить слова: «диаметром 11 мм и высотой 80 мм»;

последний абзац до слова «затем» изложить в новой редакции:

«Одновременно в три другие (четвертая — шестая) кварцевые пробирки вводят по 1 см³ буферного раствора, в пятую пробирку — раствор, содержащий 0,0001 мг цинка, в шестую пробирку — 0,1 см³ раствора трилона Б».

Пункт 3.16.3 дополнить абзацами (перед последним):

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 100 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 50 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.1 Второй абзац изложить в новой редакции:

«Вид и тип тары: 3—1, 8—1, 8—3»;

третий абзац. Исключить слова: «и ее кромки вокруг горловины герметизируют полиэтиленовой липкой лентой»;

дополнить абзацем. «На каждую единицу тары наносят знаки опасности по ГОСТ 19433—81 и классификационный шифр 8151».

(ИУС № 11 1988 г.)