
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ**



**НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ**

ГОСТ Р
(вторая редакция)

СУЛЬФАТ АЛЮМИНИЯ
Технические условия

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его
утверждения*



Москва
Стандартинформ

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации – ГОСТ Р 1.0-2012 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Российской ассоциацией водоснабжения и водоотведения (РАВВ), ООО МЕТАХИМ, АО АУРАТ, ООО НПО ЗХР, АО КОАГУЛЯНТ

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 «Качество воды» по согласованию с ТК 060 «Химия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «__» ____ 20__ г.

Настоящий стандарт разработан на основе стандартов: ГОСТ Р 1.4-2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организаций. Общие положения» с применением «Единых санитарно-эпидемиологических и гигиенических требований к товарам, подлежащим санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю)», утвержденных решением комиссии Таможенного Союза от 28.05.2010 г. № 299

4 ВВЕДЕН вместо ГОСТ 12966-85 «Алюминия сульфат технический очищенный. Технические условия» (с Изм.№ 1, 2).

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ "О стандартизации в Российской Федерации". Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 20____

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 и определения.....	7
4	Обозначения и сокращения.....	7
5	Технические требования.....	7
5.1	Характеристики.....	7
5.2	Требования к сырью и материалам.....	7
5.3	Упаковка.....	8
5.4	Маркировка.....	9
6	Требования безопасности.....	10
7	Методы анализа	12
7.1	Общие указания по проведению испытаний - по ГОСТ 27025.....	12
7.2	Условия безопасного проведения работ.....	13
7.3	Условия выполнения измерений.....	13
7.4	Отбор проб.....	13
7.5	Проверка приемлемости результатов измерения.....	15
8	Требования охраны окружающей среды.....	16
	Приложение А Требования к физико-химическим показателям сульфата алюминия	
	Приложение Б Определение массовой доли сульфата в пересчёте на оксид алюминия (Al ₂ O ₃).	
	Приложение В Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка	
	Приложение Г Определение массовой доли железа.....	
	Приложение Д Определение массовой доли мышьяка гидридным методом	
	Приложение Е Определение массовой доли мышьяка методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией	
	Приложение Ж Определение свободной серной кислоты.....	
	Приложение З Определение плотности водного раствора СА	
	Библиография	

СУЛЬФАТ АЛЮМИНИЯ

Технические условия

Дата введения – 20 – –

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сульфат алюминия технический очищенный и его водный раствор, предназначенные для очистки воды хозяйственно-питьевого и промышленного назначения, очистки промышленных сточных вод и использования в различных отраслях промышленности и сельского хозяйства.

Формула $Al_2(SO_4)_3 \cdot nH_2O$

В соответствии с химической формулой сульфат алюминия может иметь следующие регистрационные номера (табл.1):

Таблица 1 Регистрационные номера

Сульфат алюминия	№ CAS	№ EC
$Al_2(SO_4)_3 \cdot nH_2O$	10043-01-3	233-135-0

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.135-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 8.579-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.0.004-2015 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 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.044-2018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

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

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

ГОСТ 12.4.020-82 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук. Номенклатура показателей качества

ГОСТ 12.4.296-2015 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Респираторы фильтрующие. Общие технические условия

ГОСТ 17.2.3.02-2014 Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 199-78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный.

Технические условия

ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277-75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773-72 Реактивы. Аммоний хлористый. 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 4174-77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный.

Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234-77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517-2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ Р
(вторая редакция)

ГОСТ 4520-78 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая. Технические условия

ГОСТ 5456-79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид.

Технические условия

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

ГОСТ 5962-2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

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 10157-2016 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14192-96 Маркировка грузов

ГОСТ 14261-77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18165-2014 Вода. Методы определения содержания алюминия

ГОСТ 18995.1-73 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности

ГОСТ 20010-93 Перчатки резиновые технические. Технические условия

ГОСТ 20298-74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия

ГОСТ 20490-75 Реактивы. Калий марганцовоокислый. Технические условия

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

ГОСТ 26319-84 Грузы опасные. Упаковка

ГОСТ 26663-85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования. Общие технические требования

ГОСТ 27025-86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 28311-89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30813-2002 Вода и водоподготовка. Термины и определения

ГОСТ 31340-2013 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования

ГОСТ 32522-2013 Мешки тканые полипропиленовые. Общие технические условия

ГОСТ 33757-2016 Поддоны плоские деревянные. Технические условия

ГОСТ OIMT R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51642-2000 Коагулянты для хозяйственно-питьевого водоснабжения. Общие требования и метод определения эффективности

ГОСТ Р 53491.1-2009 Бассейны. Подготовка воды. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 12.3.002-2014 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.011-89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

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

ГОСТ 12.4.121-83 Система стандартов безопасности труда. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (сводов правил и/или классификаторов) в информационной системе общего пользования - на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно

издаваемого информационного указателя "Национальные стандарты" за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт (документ), на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта (документа) с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт (документ), на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта (документа) с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт (документ), на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт (документ) отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [1].

4 Обозначения и сокращения

СА – сульфат алюминия

5 Технические требования

5.1 Характеристики

Товарная форма сульфата алюминия (коагулянта) - твердая или жидкая в зависимости от концентрации оксида алюминия (Al_2O_3) - от 6% до 16%.

Брутто-формула – согласно табл. 1

Сульфат алюминия должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту и рецептуре, утвержденными в установленном порядке.

По физико-химическим показателям сульфат алюминия должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в приложении А

5.2 Требования к сырью и материалам

Сырье и материалы, применяемые при производстве СА, должны соответствовать требованиям санитарно-гигиенического законодательства РФ, нормативной или технической документации, указанной в технических условиях на продукцию, технологическом регламенте на производство.

Сырьем для получения сульфата алюминия технического очищенного являются исключительно: гидроксид алюминия, серная кислота, вода.

При производстве СА, предназначенного для использования в системах подготовки питьевой воды, не допускается использовать вторичное сырье.

Стандарт не предусматривает введение в продукт сульфат алюминия технический очищенный любых добавок.

5.3 Упаковка

5.3.1 Водные растворы СА

Партией следует считать любое количество водного раствора сульфата алюминия однородного по своим физико-химическим показателям и сопровождающееся одним документом о качестве.

Жидкий сульфат алюминия упаковывают, используя тару в соответствии с [4]. Для упаковки применяют герметичные полиэтиленовые емкости, канистры, контейнеры.

5.3.2 Твердый СА

Партией сульфата алюминия технического очищенного следует считать любое количество однородного по внешнему виду и физико-химическим показателям твердого сульфата алюминия, массой не более 70 тонн и сопровождающееся одним документом о качестве.

Продукт упаковывают в тару, в соответствии с [4] в герметичные полипропиленовые мешки с полиэтиленовыми вкладышами вместимостью 25 кг, 50 кг или мягкие полипропиленовые контейнеры типа «Биг-Бег» с полиэтиленовыми вкладышами вместимостью до 1000 кг.

5.4 Маркировка

Маркировка потребительской тары СА должна производиться в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Упакованную продукцию маркируют в соответствии с [7].

5.4.1. Предупредительная маркировка, выполненная на этикетке, должна производиться в соответствии с требованиями [9] «Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования» и должна быть выделена среди другой информации.

Маркировка, характеризующая упакованную продукцию, наносится непосредственно на тару, либо на этикетку, прикрепляемую к таре и должна содержать следующую информацию на русском языке:

- наименование предприятия - изготовителя, его товарный знак и юридический адрес;
- наименование продукта, сорт;
- масса нетто;
- номер партии;
- дата изготовления (месяц, год);
- обозначение стандарта;
- гарантийный срок хранения;
- код ОКПД 2;
- манипуляционные знаки;
- надпись «Для хозяйственно - питьевого водоснабжения».

Любой из способов нанесения маркировки должен обеспечивать сохранность надписи.

5.4.2. Транспортная маркировка - по [8]

Маркировка, характеризующая транспортную опасность груза, перевозимого автомобильным транспортом: сульфат алюминия относится к категории слабых коррозионных веществ и не подлежит маркировке, с присвоением кода ООН.

Маркировка, характеризующая транспортную опасность груза, перевозимого водного раствора сульфата алюминия железнодорожным транспортом, производится в соответствии с Правилами перевозок опасных грузов по железным дорогам с нанесением знака опасности «Едкое», класс 8, классификационный шифр 8013, код ООН 3264 - алюминия сульфат, коагулянт.

Транспортная маркировка твердого сульфата алюминия осуществляется в соответствии с Правилами перевозок грузов железнодорожным транспортом, с нанесением манипуляционного знака по [8] .

6. Требования безопасности

6.1 Сульфат алюминия пожаро- и взрывобезопасен. По степени воздействия на организм продукт относится к веществам 3-го класса опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88. Сульфат алюминия поступает в воздух рабочей зоны в виде пыли (аэрозоля). Пыль сульфата алюминия поступает в организм через органы дыхания и может вызвать раздражение верхних дыхательных путей.

6.2. Предельно допустимая концентрация пыли сульфата алюминия в воздухе рабочей зоны производственных помещений в пересчете на алюминий установлена 0,5 мг/м³. Определение сульфата алюминия в пересчете на алюминий проводят

фотоколориметрическим методом, основанным на измерении оптической плотности раствора, содержащего комплексное соединение алюминия с алюминоном или арсеназо I в слабокислой среде. Определение сульфата алюминия в воздухе рабочей зоны проводят в соответствии с аттестованными методиками.

6.3 В воздушной среде и сточных водах в присутствии других веществ или факторов сульфат алюминия токсичных веществ не образует.

6.3.1. По показателям качества сульфат алюминия должен соответствовать требованиям санитарно-гигиенического законодательства в части содержания химических веществ в воде для контроля миграции вредных химических веществ из материалов и реагентов, применяемых в практике хозяйственно-питьевого водоснабжения. Требования к уровням присутствия некоторых типовых загрязнений для проведения приемо-сдаточного контроля СА для производителя и входного контроля для потребителя приведены в приложении А.

6.3.2. Минимальную рабочую дозу коагулянта на модельных суспензиях мутности и модельных растворах цветности определяют, согласно требованиям действующего законодательства при постановке продукции на производство или по требованию потребителей и при смене поставщиков сырья, согласно требованиям санитарного законодательства. Эффективность использования СА определяют на основании [2]. Текущий контроль качества при использовании СА для водоподготовки проводят в соответствии с требованиями санитарного законодательства в области материалов и реагентов для целей водоподготовки, согласно утвержденной программе производственного контроля качества питьевой воды.

6.4 Воздух, содержащий пыль (аэрозоль) сульфата алюминия, перед выбросом в атмосферу подвергают сухой или мокрой очистке до установленных предельно допустимых норм выбросов. Сточные воды, образующиеся в результате смывов, влажной уборки и очистки воздуха, контроль которых проводится в соответствии с нормами, утвержденными Министерством здравоохранения, направляются в промышленную канализацию.

6.5 В целях коллективной защиты должна быть предусмотрена герметизация оборудования и коммуникаций. Производственные и лабораторные помещения, в которых проводится работа с сульфатом алюминия, должны быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающей состояние воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005. В производственных помещениях обязательно должна проводиться влажная уборка. Места возможного пыления сульфата алюминия должны быть снабжены местной вытяжной вентиляцией. Для защиты органов дыхания должны применяться респираторы типов ШБ-1 "Лепесток-5" и У-2К по ГОСТ 12.4.034, для защиты лица и глаз - защитные очки по ГОСТ 12.4.253. Работающие с сульфатом алюминия должны обеспечиваться спецодеждой по ГОСТ Р 12.4.289, спецобувью по ГОСТ 28507, перчатками по ГОСТ 12.4.010.

6.6 Анализ сульфата алюминия должен выполняться с соблюдением правил безопасной работы в химических лабораториях, утвержденных в установленном порядке. При погрузке и разгрузке сульфата алюминия должны соблюдаться требования безопасности по ГОСТ 12.3.009.

7. Методы анализа

7.1 Общие указания по проведению испытаний - по [17].

При проведении контроля качества готовой продукции допускается применение других средств измерений утвержденных типов, не уступающих по метрологическим или техническим характеристикам, а также химических реактивов, аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативной документации, в том числе импортных.

Допускается применять лабораторную посуду из полипропилена отечественного и импортного производства.

Средства измерений должны быть поверены или калиброваны в установленные сроки.

При разногласиях в оценке показателя качества анализ проводят методом, указанным в настоящем стандарте.

7.2 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по [10].

При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по [17].

Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с [18].

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по [19] и иметь средства пожаротушения по [20].

7.3 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха 15 ...28 °С
- относительная влажность воздуха не более 80 % при 25 °С

7.4 Отбор проб

7.4.1 Подготовка пробы твердых образцов СА

Точечные пробы от упакованного в контейнеры, мешки продукта отбирают щупом, погружая его до середины контейнера и не менее чем на 1/3 глубины мешка, или механическим пробоотборником, установленным непосредственно перед фасованием в контейнеры, мешки.

Отбор точечных проб продукта, находящегося в движении, производится механизированным или ручным способом.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,2 кг.

7.4.1.1. Высший сорт

Отобранные точечные пробы соединяют вместе, перемешивают и отбирают пробу массой не менее 0,2 кг для определения внешнего вида продукта по п. 7.4.1.3. Оставшуюся часть пробы перемешивают и сокращают квартованием до получения средней пробы массой не менее 0,5 кг.

Проба продукта высшего сорта должна полностью проходить через сетку N 20 по ГОСТ 3306.

1-й и 2-й сорта

Отобранные точечные пробы измельчают, соединяют вместе, перемешивают и сокращают квартованием до получения средней пробы массой не менее 0,5 кг.

7.4.1.2 Среднюю пробу измельчают, просеивают через сито с сеткой N 1 или 2 по ГОСТ 6613 и помещают в чистую сухую стеклянную плотно закрываемую банку или полиэтиленовый пакет, который завязывают.

Среднюю пробу сульфата алюминия маркируют, указывая наименование продукта, наименование предприятия-изготовителя, номер партии и дату отбора пробы.

7.4.1.3 Внешний вид сульфата алюминия определяют визуально.

7.4.2 Подготовка пробы жидких проб СА

Отбор проб производят в соответствии с [7] в пластиковую или стеклянную тару вместимостью не менее 150 см³ с плотно закрывающейся крышкой. Если тара, в которой доставлена проба жидкого коагулянта, заполнена доверху, то пробу вместе с осадком, если он присутствует, переносят в соответствующую банку с широким горлом и плотно закрывающейся крышкой. Банку выбирают таким образом, чтобы проба занимала не более 2/3 её объёма.

Точечные пробы СА отбирают при помощи сифона или любым другим аналогичным средством, объем точечной пробы при этом должен быть не менее 0,05 дм³. Точечные пробы из цистерны отбирают специальным пробоотборником, обеспечивающим отбор представительной пробы по всей высоте цистерны. Объем пробы должен быть не менее 0,5 дм³.

Отобранные точечные пробы соединяют, тщательно перемешивают. Окончательный объем представительной пробы должен быть не менее 250 см³.

Срок хранения проб составляет 30 суток при комнатной температуре. В случае поступления в лабораторию пробы жидкого СА в замерзшем состоянии, необходимо данную пробу поместить в тёплое помещение до полного размораживания.

Пробу перед анализом необходимо тщательно перемешать.

7.5 Проверка приемлемости результатов измерений

При получении двух результатов измерений (X_1 X_2) в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют проверку приемлемости результатов в соответствии с требованиями [21].

Результаты измерений считают приемлемыми при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \leq r$$

При выполнении условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используется их общее среднее арифметическое значение. При превышении предела повторяемости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 [21].

При получении результатов измерений в двух лабораториях ($X_{\text{лаб.1}}$ $X_{\text{лаб.2}}$) проводят проверку приемлемости результатов измерений в соответствии с требованиями раздела 5 [21].

Результаты измерений считают приемлемыми при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{\text{лаб1}} - X_{\text{лаб2}}|}{X_{\text{лаб1}} + X_{\text{лаб2}}} \leq R$$

При выполнении условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используется их общее среднее арифметическое значение. При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 [21].

Результат анализа массовых долей оксида алюминия (III), нерастворимого в воде остатка, свободной серной кислоты округляют до десятых долей, массовых долей оксида железа (III) и мышьяка (III) – до тысячных долей.

8 Требования охраны окружающей среды

8.1 Защита окружающей среды обеспечивается соблюдением норм технологического регламента производства СА, герметизацией технологического оборудования и тары, правил транспортировки и хранения.

С целью охраны атмосферного воздуха должны соблюдаться требования [22], [23]. При сборе, временном хранении и утилизации отходов производства должны соблюдаться требования [22]. Выбросы в атмосферу имеют периодический характер, на загрязнение окружающей среды не влияют, т.к. не превышают утвержденных нормативов.

Экологическая безопасность при применении коагулянта достигается:

- осуществлением государственного экологического контроля;
- осуществлением производственного (ведомственного) экологического контроля.

Контроль воздуха рабочей зоны производится аккредитованной лабораторией по методикам, утвержденным в установленном порядке, с периодичностью, которая устанавливается в соответствии с [11]. Предельно допустимый выброс загрязняющих веществ в атмосферу не должен превышать величин, установленных для предприятий в соответствии с требованиями [22], [23].

В атмосферном воздухе населенных мест содержание применяемых в производстве компонентов не должно превышать нормативов, установленных [22]. При погрузке и разгрузке коагулянта соблюдают требования безопасности по [24]. Утилизацию или уничтожение технологических потерь, образующихся при производстве, а также продукции по окончании срока ее годности или несоответствии требованиям настоящего стандарта проводят в порядке, установленном региональными органами управления (или) Роспотребнадзора.

9. Транспортирование

9.1. Сульфат алюминия технический очищенный транспортируют железнодорожным и автомобильным транспортом в крытых транспортных средствах в упаковке и насыпью (навалом).

Сульфат алюминия технический очищенный в мешках транспортируют авто-или ж/д транспортом в пакетированном виде в соответствии с [5] на плоских деревянных поддонах по [6]. Транспортирование упакованного сульфата алюминия технического очищенного осуществляется мелкими и повагонными отправлениями. Размещение и крепление контейнеров и мешков с СА производят в соответствии с правилами погрузки и крепления грузов.

Сульфат алюминия технический очищенный без упаковки – навалом (насыпью) транспортируют в крытых железнодорожных вагонах, полувагонах, а также автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозок опасных грузов, действующими на данном виде транспорта.

9.2. Сульфат алюминия жидкий транспортируют железнодорожным и автомобильным транспортом наливом в стальных железнодорожных и специализированных автомобильных цистернах в соответствии с правилами перевозок опасных грузов, действующими на данном виде транспорта.

Цистерны заполняют раствором СА до полной вместимости с учетом объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

Продукт, разлитый в мелкую тару, транспортируют всеми видами транспорта, кроме воздушного, в соответствии с Правилами перевозок грузов, действующего на транспорте данного вида.

9.3. Пределы допустимых отрицательных отклонений содержащего нетто от номинального количества фасованного (залитого) продукта устанавливаются по [3].

10. Хранение

Сульфат алюминия технический очищенный хранят в закрытых неотапливаемых складских помещениях, обеспечивающих защиту от загрязнения и увлажнения, исключающих попадание атмосферных осадков (дождь, снег) и грунтовых вод.

Упакованный в мягкие специализированные мешки сульфат алюминия технический очищенный допускается хранить на открытых площадках с твердым покрытием под навесом на поддонах.

Срок хранения твердого СА - без ограничения срока действия, для водного раствора сульфата алюминия срок хранения 1 год с момента изготовления.

ГОСТ Р
(вторая редакция)

УДК _____ ОКС _____

Ключевые слова: реагенты для водоподготовки, сульфат алюминия,
коагулянт

Технический комитет ТК 343.

Руководитель работ
Председатель ТК 343

Ответственный секретарь ТК 343



Г. А. Самбурский

О.В. Устинова

Приложение А Обязательное

Требования к физико-химическим показателям сульфата алюминия

По физико-химическим показателям сульфат алюминия должен соответствовать характеристикам, указанным в таблице А1.

Таблица А1

№ п/п	Наименование показателя	Характеристики						
		Порошкообразный сульфат алюминия	Высший сорт	1-й сорт	2-й сорт	Водный раствор сульфата алюминия		
						Марка А	Марка Б	Марка В
1	Внешний вид	Однородный порошкообразный сыпучий материал с размером частиц не более 0,04 мм белого цвета. Допускаются оттенки серого, желтого, голубого или розового цветов.	Однородный сыпучий материал с размером частиц не более 20 мм белого цвета. Допускаются оттенки серого, желтого, голубого или розового цветов.	Неслеживающиеся пластинки, брикеты, куски неопределенной формы и разного размера массой не более 10 кг белого цвета. Допускаются оттенки серого, желтого, голубого или розового цветов.	Бесцветный прозрачный раствор, допускается слабоокрашенный оттенок серого или желтоватого цвета	Опалесцирующая жидкость с серым либо желтоватым оттенком. Допускается наличие подвижной взвеси		
2	Массовая доля оксида алюминия (Al ₂ O ₃), %, не менее/в пределах	16	16	16	15	7,0÷8,0	6,0÷8,0	6,0÷8,0
3	Массовая доля свободной серной кислоты (H ₂ SO ₄), %, не более	Выдерживает испытание по Приложению Е (пункт Е.3) или другой методики выполнения измерений с соответствующей областью определения				0,10	0,10	0,15
4	Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %	0,3	0,3	0,3	0,7	0,1	0,3	0,7

ГОСТ Р
(вторая редакция)

	не более							
5	Массовая доля железа в пересчете на оксид железа (Fe_2O_3), %, не более	0,02	0,02	0,02	0,30	0,02	0,02	0,05
6	Массовая доля мышьяка в пересчете на оксид мышьяка (As_2O_3), %, не более	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001

Приложение Б
рекомендуемое
Определение массовой доли оксида алюминия (Al₂O₃)
(по ГОСТ 58580)

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблицах Б.1, Б.2. Диапазон измерений массовой доли оксида алюминия включает необходимый диапазон составляет от 6 % до 16 %. Продолжительность анализа одной пробы – 4 часа, серии из 10 проб – 8 часов (данное время указано для полного анализа, включающего все регламентируемые показатели).

Таблица Б.1 - Диапазон измерений массовой доли оксида алюминия, показатели точности измерений

Диапазон измерений массовой доли оксида алюминия, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm \delta$, %
от 6 до 16 включ.	2,5	5	10

Таблица Б.2 - Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений массовой доли оксида алюминия, % масс.	Предел повторяемости (для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости), r, %	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), R, %
от 6 до 16 включ. (7	14

Б.1 Метод измерений

Метод измерений основан на том, что в кислой среде катионы алюминия образуют с трилоном Б прочное комплексное соединение. Для увеличения скорости реакции образования комплекса алюминия раствор пробы коагулянта с трилоном Б, взятом в избытке, кипятят в течение 15 мин. Избыток трилона Б в слабокислой среде (рН = 5,5 ед. рН) титруют раствором цинка сернокислого или цинка азотнокислого в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

Б.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Б.2.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные аналитические специального или высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 320 г по [26] или по [25].

Иономер (или рН-метр) любого типа с термокомпенсатором или с автоматической температурной компенсацией.

Часы песочные на 5 мин или электронный таймер-секундомер.

Вода дистиллированная по [32] или вода для лабораторного анализа 2 степени чистоты по [28].

Плитка электрическая с регулятором температуры по [29].

Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий температуру хранения проб коагулянта и растворов реактивов от 2°С до 10°С.

Б 2.2 Лабораторная посуда

Бюретки вместимостью 25 и 50 см³ по [36], класс точности 2.

Примечание - Допускается использовать автоматические титраторы.

Воронки стеклянные по [30].

Колбы мерные вместимостью 25; 50; 100; 250; 500 и 1000 см³ по [51], класс точности 2.

Капельница по [30].

Колбы конические вместимостью 100 и 250 см³ по [31].

Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5; 10 и 25 см³ по [32], класс точности 2.

Примечание - Допускается использовать дозаторы, отвечающие требованиям [34].

Пипетки с одной отметкой вместимостью 1; 2; 5; 10 и 25 см³ по [33], класс точности 2.

Примечание - Допускается использовать дозаторы, отвечающие требованиям [34].

Стаканы из термически и химически стойкого стекла вместимостью 50; 100; 250 и 600 см³ по [31].

Стекло часовое

Флаконы из темного стекла вместимостью 100; 250; 500 и 1000 см³ для хранения растворов.

Флаконы пластиковые с узким горлом вместимостью 250 и 500 см³.

Шпатели фарфоровые длиной (150 – 200) мм по [35] или медицинские металлические и пластиковые.

Цилиндры мерные вместимостью 50; 100 и 250 см³ по [51], класс точности 2.

Б.2.3 Реактивы и материалы

Аммиак водный, ч.д.а. по [36].

Аммоний хлористый, х.ч. по [37].

Вода дистиллированная по [32] или для лабораторного анализа по [28] (2-ой степени чистоты), (далее – вода дистиллированная).

Индикатор ксиленоловый оранжевый, ч.д.а.

Индикатор хромовый тёмно-синий, ч.д.а.

Индикатор эриохром чёрный Т, ч.д.а.

Калий хлористый, х.ч. по [38].

Кислота серная, х.ч. по [39].

Кислота уксусная (ледяная), х.ч. по [41].

Магний серноокислый 7-водный, стандарт-титр $C(1/2 \text{MgSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н).

Натрий уксуснокислый 3-водный, ч.д.а. по [47].

Натрий хлористый, х.ч. [43].

Стандарт-титр для приготовления буферных растворов по [49].

Трилон Б (этилендиамин-N,N,N,N-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная), х.ч. по ГОСТ 10652 или стандарт-титр $C(1/2 \text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \times 2\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н).

Цинк серноокислый 7-водный, ч.д.а. по [44].

Цинк азотнокислый, ч.д.а., [45], раствор молярной концентрации эквивалента $C(\text{Zn}(\text{NO}_3)_2) = 0,05$ моль/дм³, готовят и устанавливают коэффициент молярности по [69]; масса оксида алюминия, реагирующая с 1 см³ раствора азотнокислого цинка молярной концентрации 0,05 моль/дм³ аналогична серноокислому цинку и равна 0,002549 г

Спирт этиловый, 96,3 %, категория «Люкс» по [46].

Б.3 Подготовка к выполнению измерений

Б.3.1 Приготовление растворов

Б.3.1.1 Ацетатный буферный раствор со значением $pH = (5,5 \pm 0,1)$ ед. pH

Буферный раствор II [69] (pH 5,5-6,0); готовят следующим образом: 550 г 3-водного уксуснокислого натрия растворяют в горячей воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, при

необходимости фильтруют и прибавляют 10 см³ концентрированной уксусной кислоты.

(55 ± 0,01) г натрия уксуснокислого 3-водного переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и растворяют приблизительно в 500 см³ горячей (приблизительно 70-80⁰С) дистиллированной воды, после охлаждения раствора до комнатной температуры доводят объём раствора в колбе до метки. После этого добавляют 3 см³ ледяной уксусной кислоты, перемешивают, доводят значение рН раствора до (5,5 ± 0,1) ед.рН, добавляя концентрированную уксусную кислоту для снижения значения рН или добавляя небольшими порциями (примерно по 0,020 г) натрий уксуснокислый 3-водный для повышения значения рН раствора. Значение рН раствора контролируют на рН-метре. Срок хранения раствора – 1 месяц при комнатной температуре.

Б.3.1.2 Раствор цинка сернокислого молярной концентрации 0,05 моль/дм³

(14,380 ± 0,001) г цинка сернокислого 7-водного ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и растворяют приблизительно в 900 см³ дистиллированной воды. Добавляют 1 см³ концентрированной серной кислоты и доводят объём раствора до метки, перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

Раствор цинка азотнокислого молярной концентрации 0,05 моль/дм³

(14,875 ± 0,001) г цинка азотнокислого 6-водного ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют, доводят объём раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

Б.3.1.3 Раствор трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³

Содержимое ампулы стандарт-титра или навеску ($18,6120 \pm 0,0005$) г трилона Б переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, приблизительно наполовину заполненную дистиллированной водой. Навеску трилона Б растворяют и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

Б.3.1.4 Раствор индикатора ксиленолового оранжевого с массовой долей 0,5 %

($0,25 \pm 0,01$) г индикатора ксиленолового оранжевого растворяют в (20 - 30) см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 50 см³.

Доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 месяц при комнатной температуре.

Б.3.1.5 Аммиачный буферный раствор со значением $pH = (10,0 \pm 0,1)$ ед. pH

Буферный раствор I (pH 9,5-10,0); готовят следующим образом [69]: 70 г хлористого аммония растворяют в 250-300 см³ воды, прибавляют 250 см³ раствора аммиака с массовой долей 25% и затем доводят объем раствора водой до 1 дм³ .

В мерную колбу вместимостью 500 см³, приблизительно наполовину заполненную дистиллированной водой, помещают (10,0 ± 0,1) г хлористого аммония и 50 см³ водного аммиака, тщательно перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой. Значение pH буферного раствора контролируют на pH-метре. Срок хранения раствора – 3 месяца при температуре (2 – 10) °С.

Примечание - Рекомендуется периодически перед применением буферного раствора проверять его значение рН. Если значение рН изменилось более чем на 0,2_ед. рН, то готовят новый буферный раствор.

Б.3.1.6 Раствор индикатора эриохрома чёрного Т с массовой долей 0,5 %

(0,50 ± 0,05) г индикатора эриохрома черного Т помещают в стакан вместимостью не менее 100 см³, добавляют 20 см³ аммиачного буферного раствора (рН=10), тщательно перешивают и добавляют 80 см³ этилового спирта. Срок хранения раствора – 10 суток при комнатной температуре во флаконе из темного стекла.

Примечание - Допускается вместо индикатора эриохрома черного Т использовать индикатор хромовый темно-синий, раствор которого готовят аналогичным способом. Срок хранения раствора во флаконе из темного стекла – 3 месяца при комнатной температуре.

Б.3.1.7 Приготовление сухой индикаторной смеси эриохрома черного Т

(0,25 ± 0,01) г эриохрома черного Т смешивают с (25,0 ± 0,1) г хлористого натрия или калия и тщательно растирают в ступке. Срок хранения смеси – 1 год при комнатной температуре во флаконе из тёмного стекла.

Б.3.1.8 Раствор магния сернокислого молярной концентрации 0,05 моль/дм³

Содержимое одной ампулы стандарт-титра переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объём раствора в колбе дистиллированной водой до метки и перемешивают. Срок хранения раствора – 6 месяцев при температуре (2 – 10) °С.

Б.3.2 Установление поправочного коэффициента к молярной концентрации 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б

В коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят 10 см³ раствора сернокислого магния молярной концентрации 0,05 моль/дм³

и добавляют 90 см³ дистиллированной воды. Добавляют 5 см³ аммиачного буферного раствора (рН = 10,0 ± 0,1 ед. рН) и 5 – 7 капель раствора индикатора эриохрома чёрного Т или хромового темно-синего, или добавляют от 0,05 до 0,1 г сухой индикаторной смеси. Титруют при сильном взбалтывании раствором трилона Б до изменения окраски индикатора в точке эквивалентности. Окраска должна стать синей с зеленоватым оттенком при прибавлении индикатора эриохрома черного Т или синей с фиолетовым оттенком при использовании индикатора хромового темно-синего.

За результат титрования принимают среднее арифметическое значение из трех параллельных титрований, расхождение между которыми не превышает 0,05 см³.

Поправочный коэффициент (K₁) рассчитывают по формуле с точностью до четвертого знака:

$$K_1 = \frac{V}{V_1},$$

где

V – объём раствора сернокислого магния молярной концентрации 0,05 моль/дм³, взятого для определения поправочного коэффициента (10), см³;

V₁ – объём раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованного на титрование, см³.

Если поправочный коэффициент (K₁) раствора трилона Б отличается от 1,00 больше чем на ± 0,03, то раствор укрепляют, разбавляют или готовят заново. Для укрепления раствора добавляют небольшими порциями (примерно по 0,020 г) Трилон Б. После укрепления или разбавления раствора поправочный коэффициент устанавливают заново.

Б.3.3 Установление поправочного коэффициента к раствору цинка сернокислого молярной концентрации 0,05 моль/дм³

В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 25 см³ раствора цинка сернокислого 7-водного молярной концентрации 0,05 моль/дм³, прибавляют около 70 см³ воды, 5 см³ аммиачного буферного раствора (рН=10,0± 0,1), около 0,1 г сухой индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют из бюретки раствором трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³ до перехода фиолетовой окраски раствора в синюю. За результат титрования принимают среднее арифметическое значение из трех параллельных титрований, расхождение между которыми не превышает 0,05 см³.

Поправочный коэффициент раствора сернокислого цинка (K_2) рассчитывают по формуле с точностью до четвертого знака

$$K_2 = \frac{V \cdot K_1}{25},$$

где

V – объём раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K_1 – поправочный коэффициент раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³;

25 – объём раствора цинка сернокислого молярной концентрации 0,05 моль/дм³, взятого для определения поправочного коэффициента, см³.

Если поправочный коэффициент (K_2) раствора сернокислого цинка отличается от 1,00 больше чем на ± 0,03, то раствор укрепляют, разбавляют или готовят заново. Для укрепления раствора добавляют небольшими порциями (примерно по 0,020 г) цинк сернокислый. После укрепления или разбавления раствора поправочный коэффициент устанавливают заново. Поправочный

коэффициент проверяют один раз в месяц при соблюдении условий хранения раствора.

Б.4 Проведение анализа

Навеску твердого сульфата алюминия в виде порошка или жидкого коагулянта взвешивают с точностью до 0,0005 г на аналитических весах в конической колбе вместимостью 250 см³. Масса навески зависит от марки реагента и содержания оксида алюминия. Рекомендуемые массы навесок исследуемых проб приведены в таблице Б.3

Таблица Б.3 – Рекомендуемые массы навесок исследуемых проб в зависимости от содержания оксида алюминия.

Содержание оксида алюминия, %	Масса навески, г
от 1 до 11 вкл.	0,40 – 0,55
св. 11 до 20 вкл.	0,25 – 0,35

К навеске добавляют 25 см³ раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³ и (80 – 100) см³ дистиллированной воды. Накрывают колбу часовым стеклом или маленькой воронкой и нагревают на электроплитке при слабом кипении в течение 15 мин.

После кипячения обмывают часовое стекло (воронку) и конденсат со стенок колбы дистиллированной водой. Охлаждают колбу до комнатной температуры и добавляют 25 см³ ацетатного буферного раствора (рН=5,5±0,1 ед. рН), 3 – 5 капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют избыток трилона Б раствором цинка серноокислого (или цинка азотнокислого) до перехода окраски из жёлтой в розово-фиолетовую (*розовая окраска не устойчива в течение 1 мин, значит количество добавленного титранта химически не соответствует количеству титруемого раствора и точка эквивалентности не наступила*).

Б.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю СА в пересчёте на оксид алюминия X (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{[(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2)] \cdot 0,002549}{m \cdot V_3} \cdot 100,$$

где

V_1 – объём раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³, взятый для анализа, см³;

V_2 – объём раствора сернокислого цинка молярной концентрации 0,05 моль/дм³, пошедший на титрование анализируемого раствора, см³;

K_1 и K_2 – поправочные коэффициенты для растворов трилона Б и сернокислого цинка соответственно;

0,002549 – масса оксида алюминия, реагирующая с 1 см³ раствора сернокислого цинка (или азотнокислого цинка) молярной концентрации 0,05 моль/дм³, г;

V_3 – 1 см³ раствора сернокислого цинка молярной концентрации 0,05 моль/дм³;

m – масса коагулянта, взятая для анализа, г.

Б.6 Оформление результатов измерений

Результат измерений в протоколах, как правило, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \%$$

где Δ – характеристика абсолютной погрешности результата измерения (%), которую рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X,$$

где δ – значение показателя точности измерений массовой доли оксида алюминия, % (таблица Б.1).

Приложение В

Рекомендуемое

Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка

(по ГОСТ 58580)

Метод обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблицах В.1, В.2

Диапазон измерения массовой доли нерастворимого в воде остатка составляет от 0,01 % до 1 %.

Таблица В.1 - Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики измерений

Диапазон измерений массовой доли не растворимого в воде остатка, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm \delta$, %
От 0,01 до 1 вкл.	10	20	40

Таблица В.2 - Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений массовой доли не растворимого в воде остатка, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости), r %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), R %
От 0,01 до 1 вкл.	28	56

Продолжительность анализа одной пробы – 6ч, серии из 10 проб -10 ч.

Принцип метода заключается в гравиметрическом определении нерастворимого остатка, который остаётся после растворения пробы коагулянта в горячей воде. Полученный раствор фильтруют через

фильтр «белая лента», который в дальнейшем прокаливают в муфельной печи при температуре (950 – 1000) °С.

Нерастворимый в воде остаток характеризует качество коагулянта и состоит из неорганических веществ: силикатов, оксидов, которые попадают в сульфат с исходным сырьём и считаются его загрязнителями.

Продолжительность анализа одной пробы – 6 часов, серии из 10 проб – 9 часов.

В.1 Средства измерений и вспомогательные устройства. Реактивы и материалы

В.1.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные аналитические специального или высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 320 г по [26] или по [25].

Дозаторы (устанавливаемые на сосуд) или ручные, одноканальные с фиксированным или варьируемым объёмом дозирования (например, по [34]).

Часы песочные на 60 мин или таймер лабораторный, любой модели.

Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по [27] или воды для лабораторного анализа 2 степени чистоты по [28].

Печь муфельная, обеспечивающая температуру прокаливания (950 – 1000) °С.

Плитка электрическая с регулятором температуры по [29].

В.1.2 Лабораторная посуда

Воронки стеклянные по [30].

Колбы конические вместимостью 250 см³ по [31].

Колбы мерные вместимостью 50; 100; 250; 500 и 1000 см³ по [51], 2 класс точности.

Мензурки стеклянные вместимостью 500 и 1000 см³ по [51].

Палочки стеклянные

Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5; 10 и 25 см³ по [32], 2 класс точности.

Пипетки с одной отметкой вместимостью 1; 2; 5; 10; 25 и 100 см³ по [33], 2 класс точности.

Стаканы из термически и химически стойкого стекла вместимостью 50; 100; 250; 600 и 1000 см³ по [31].

Стаканы из термически стойкого стекла вместимостью 50; 100; 150 и 250 см³ по [31].

Тигель низкий 2; 3; 4 по [35].

Флаконы из прозрачного и темного стекла для хранения растворов реактивов вместимостью 100; 250 и 500 см³

Цилиндры мерные вместимостью 50; 100 и 500 см³ по [51], 2 класс точности.

Эксикатор по [31].

В.1.3 Реактивы и материалы

Барий хлорид 2-водный, ч.д.а. по [53].

Вода дистиллированная по [27] или для лабораторного анализа по [28] (2-ой степени чистоты), (далее – вода дистиллированная).

Кислота азотная, ч.д.а. по [48].

Серебро азотнокислое, ч.д.а. по [58].

Силикагель-индикатор по [57] или кальций хлористый безводный по [58] в качестве осушителя для эксикаторов.

Фильтр обеззоленный «белая лента» диаметром 15 см. (12,5 см)

В.2 Отбор и хранение проб

Согласно п. 7.4

В.3 Подготовка к выполнению измерений

В.3.1 Приготовление растворов

В.3.1.1 Раствор азотной кислоты с массовой долей 20 %

Раствор азотной кислоты готовят согласно [47].

25 см³ концентрированной азотной кислоты добавляют к 75 см³ дистиллированной воды, раствор перемешивают и переливают в стеклянный флакон. Срок хранения раствора – 2 месяца при комнатной температуре.

В.3.1.2 Раствор серебра азотнокислого (нитрата серебра) молярной концентрации 1 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают навеску (17,00 ± 0,01) г серебра азотнокислого, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят объем колбы до метки дистиллированной водой. Раствор перемешивают и переливают во флакон из темного стекла. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

В.3.1.3 Раствор соляной кислоты с массовой долей 10 %

Раствор соляной кислоты готовят согласно [47].

25 см³ концентрированной соляной кислоты добавляют к 75 см³ дистиллированной воды, раствор перемешивают и переливают во флакон из темного стекла для хранения растворов реактивов. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

В.3.1.4 Раствор хлорида бария с массовой долей 10 %

(10,00 ± 0,01) г хлорида бария растворяют в 90 см³ дистиллированной воды в стакане вместимостью 150 см³, перемешивают и переливают во флакон для хранения. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

В.3.2 Подготовка тигля

Сухой чистый тигель прокаливают в течение 30 минут при температуре (950–1000)°С, затем охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,0001 г. Прокаливание тигля проводят до достижения постоянной массы.

Примечание - Допускается хранить прокалённые и взвешенные тигли в эксикаторе в течение 3-х дней.

В.4 Проведение анализа

(8 – 10) г жидкого коагулянта или (2,5 – 3,0) г коагулянта в виде порошка взвешивают в стакане вместимостью 50 см³ на аналитических весах с точностью до 0,0005 г.

Навеску коагулянта растворяют приблизительно в (30 – 40) см³ горячей дистиллированной воды (температура воды должна находиться в диапазоне (60 – 100) °С) и фильтруют раствор через обеззоленный фильтр «белая лента». Стакан не менее 5 раз омывают небольшими порциями горячей дистиллированной воды (приблизительно 15 – 20 см³) до тех пор, пока в стакане не останется остатка.

Осадок на фильтре промывают горячей водой (не менее 1 дм³ горячей дистиллированной воды) до отсутствия положительной реакции на сульфат-ионы в промывных водах (Е.5, Е.6).

Фильтр с осадком помещают в предварительно подготовленный тигель, ставят тигель в муфельную печь и прокаливают при температуре (950 – 1000) °С в течение 1 часа. После прокаливания тигель охлаждают до температуры окружающей среды в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 г.

В.5 Проверка промывных вод на отсутствие сульфат-ионов

Приблизительно к 100 см³ фильтрата, полученного по п. Е.4, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты (для чего ???) с массовой долей 10% и раствора хлористого бария с массовой долей 10%. Опалесценция испытуемого раствора не должна быть интенсивнее, чем у раствора сравнения, в котором вместо фильтрата используют дистиллированную воду.

В.6 Обработка результатов измерений

Массовую долю нерастворимого остатка X (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_2 - m_1 - m_0}{m} \cdot 100$$

где

m_2 – масса тигля с прокаленным остатком, г;

m_1 – масса пустого тигля, г;

m – масса навески коагулянта, взятого для анализа, г;

m_0 – масса золы фильтра после сжигания, г.

Примечание - Масса золы фильтра (m_0) указана на упаковке с фильтрами.

В.7 Оформление результатов измерений

Результаты измерений в протоколах, как правило, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \%$$

где Δ – характеристика абсолютной погрешности результата измерения (%), которую рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X,$$

где δ – значение показателя точности измерений массовой доли нерастворимого остатка в воде, % (таблица Е.1).

ГОСТ Р

(вторая редакция)

За окончательный результат принимают результат единичного изменения или среднее арифметическое результатов параллельных определений.

Приложение Г

Рекомендуемое

Определение массовой доли железа

(по ГОСТ 58580)

Метод обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице Г.1, Г.2. Диапазон измерения массовой доли железа от 0,005 % до 1 %.

Таблица Г.1 - Диапазон измерений массовой доли железа, показатели точности измерений

Диапазон измерений массовой доли железа, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Значение погрешности измерений (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm \delta$, %
от 0,005 до 0,01 включ.	15	25	50
св. 0,01 до 0,1 включ.	10	20	40
св. 0,1 до 1,0 включ.	7	14	28

Таблица Г.2 - Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений массовой доли железа, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости), r %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), R %
от 0,005 до 0,01 включ	42	70
Св. 0,01 до 0,1 включ	28	56
Св. 0,1 до 1,0 включ.	20	39

Продолжительность анализа одной пробы – 3 ч, серии из 10 проб – 5 часов.

Принцип метода заключается в способности ионов двухвалентного железа образовывать в интервале рН (3 – 9) ед. рН с ортофенантролином комплексное соединение, окрашенное в оранжево-красный цвет после предварительного восстановления трехвалентного железа до двухвалентного солянокислым гидроксиламином в нейтральной или слабокислой среде. Измерение оптической плотности полученных растворов комплексного соединения проводится при длине волны 490 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Примечание: Определение массовой доли железа в продукте можно проводить по иным аттестованным методикам выполнения измерений. Например, по ГОСТ 4011-72 «Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации железа: метод измерения концентрации с о-фенантролином».

Г.1 Средства измерений, вспомогательные устройства. Реактивы и материалы

Г.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

Весы лабораторные аналитические специального или высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 320 г по [26] или по [25].

Дозаторы медицинские лабораторные настольные (устанавливаемые на сосуд) или ручные, одноканальные с фиксированным или варьируемым объемом дозирования по [34].

Дистиллятор или установка любого типа для получения воды для лабораторного анализа 2 степени чистоты по [28].

Таймер любой модели.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий производить измерение при длине волны 490 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Г.1.2 Лабораторная посуда

- Колбы мерные вместимостью 50; 100; 250; 500 и 1000 см³ по [51], 2 класс точности.
- Мензурки стеклянные вместимостью 500 и 1000 см³ по [51].
- Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5; 10 и 25 см³ по [32], 2 класс точности.
- Пипетки с одной отметкой вместимостью 1; 2; 5; 10; 25 и 100 см³ по [33], 2 класс точности.
- Стаканы из термически и химически стойкого стекла вместимостью 50; 100; 250, 600 и 1000 см³ по [31].
- Флаконы из прозрачного и темного стекла для хранения растворов реактивов вместимостью 100; 250 и 500 см³.
- Цилиндр мерный вместимостью 50; 100 и 500 см³ по [51], 2 класс точности.

Г.1.3 Реактивы и материалы

Вода дистиллированная по [27] или для лабораторного анализа по [28] (2-ой степени чистоты), (далее - вода дистиллированная).

Гидроксиламина гидрохлорид, ч.д.а. [59].

Кислота соляная, ч.д.а. по [40] или стандарт-титр $C(HCl)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н).

Натрий уксуснокислый 3-водный, ч.д.а. по [42].

Орто-фенантролин (о-фенантролин), ч.д.а. по.

Г.1.4 Стандартные образцы

Стандартный образец (СО) состава водного раствора ионов железа (III) 1000 мг/дм³.

Г.2 Подготовка к выполнению измерений

Г.2.1 Приготовление растворов

Г.2.1.1 Раствор гидроксиламина гидрохлорида с массовой долей 10 %

(50,00±0,05) г гидроксиламина гидрохлорида растворяют в 450 см дистиллированной воды. Срок хранения раствора - 2 месяца при комнатной температуре.

Г.2.1.2 Раствор ортофенантролина с массовой долей 0,2%.

(1,00±0,02) г ортофенантролина растворяют в 500 см³ дистиллированной воды. Срок хранения раствора - 1 месяц при комнатной температуре.

Г.2.1.3 Раствор натрия уксуснокислого с массовой долей 20%.

(125,00±0,05) г натрия уксуснокислого 3-водного растворяют в 500 см³ дистиллированной воды и перемешивают. Срок хранения раствора - 1 месяц при комнатной температуре.

Г.2.1.4 Основной градуировочный раствор ионов железа (III) с массовой концентрацией 10 мг/ дм³.

1 см³ раствора (СО) с массовой концентрацией ионов железа (III) 1000 мг/дм³ с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, раствор тщательно перемешивают. Срок хранения раствора - 1 месяц при температуре (2-10) °С.

Г.2.1.5 Раствор соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм³.

Г.2.1.5.1 Приготовление из стандарта-титра.

Содержимое ампулы стандарт-титра (0,1 моль/см³) соляной кислоты переносят с мерную колбу вместимостью 100 см³, доводит объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Г.2.1.5.2 Приготовление из концентрированной соляной кислоты.

8,5 см³ концентрированной соляной кислоты добавляют в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую приблизительно 30 см³ дистиллированной воды и перемешивают. Доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора - 2 месяца при комнатной температуре.

Г.2.2 Установление градуировочной характеристики

В мерные колбы вместимостью 50 см³ пипетками вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см³ основного градуировочного раствора ионов железа (III) с массовой концентрацией 10 мг/дм³, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,10 мг ионов железа (III). В каждую колбу последовательно добавляют 1 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм³, 2 см³ раствора гидроксилamina гидрохлорида, 2 см³ раствора уксуснокислого натрия и 2 см³ ортофенантролина, доводят раствор до метки дистиллированной водой. После добавления каждого реактива содержимое колб тщательно перемешивают. Одновременно готовят холостую пробу, используя дистиллированную воду, к которой приливают все реактивы кроме основного градуировочного раствора.

Через 15 минут измеряют на фотоэлектроколориметре оптическую плотность градуировочных растворов относительно холостой пробы при длине волны 490 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

По результатам измерений строят градуировочный график зависимости значения оптической плотности (ед. оптической плотности) от количества ионов железа (III) (мг).

Градуировочную характеристику устанавливают заново при смене партии любого из реактивов, после ремонта прибора, но не реже 1 раза в три месяца.

Г.2.3 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики выполняют с каждой серией проб.

Норматив контроля в диапазоне от 0,005 мг до 0,05 мг - 10%, в диапазоне св. 0,05 мг до 0,1 мг - 5%.

Если условие стабильности градуировочной характеристики для одного градуировочного раствора не выполняется, необходимо выполнить повторное измерение для этого градуировочного раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием того же или других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. Если и в этом случае обнаруживается отклонение результата от аттестованного значения, то градуировочную характеристику устанавливают заново.

Г.3 Выполнение измерений

Г.3.1 Приготовление раствора коагулянта (раствор А)

1 - 8 г порошка или жидкого коагулянта взвешивают в стакане вместимостью 50 см³ на аналитических весах с точностью до 0,0005 г. Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в дистиллированной воде и после полного растворения коагулянта доводят объем раствора в колбе до метки - раствор А.

Примечание - Допускается брать для анализа другую навеску коагулянта в зависимости от типа (согласно приложению А) или содержания железа. Если после растворения коагулянта раствор А получается мутный, содержит взвесь или имеет опалесценцию, раствор необходимо отфильтровать через фильтр «белая лента». Если после фильтрации мутность и опалесценция не исчезает, то из оптической плотности пробы нужно вычесть оптическую плотность пробы (фона) в том же разведении в каком проводят определение железа.

Г.3.2 Проведение анализа при определении содержания железа

10 см³ раствора А, приготовленного по п. И.3.1, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1 см³ раствора соляной кислоты, 2 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида, 2 см³ раствора уксуснокислого натрия, 2 см³ раствора ортофенантролина и доводят раствор в колбе до метки дистиллированной водой.

После добавления каждого реактива раствор в колбе перемешивают. Одновременно готовят холостую пробу с тем же количеством реактивов, используя вместо раствора А дистиллированную воду. Через 15 минут измеряют оптическую плотность анализируемого раствора на фотоэлектроколориметре по отношению к холостой пробе в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм при длине волны 490 нм.

Если измеренная оптическая плотность пробы выходит за верхнюю границу градуировочного графика, то для анализа берут меньший объем раствора А или проводят дополнительно его разбавление дистиллированной водой. Допустимо проводить десятикратное разбавление исходного раствора коагулянта (раствора А).

Г.4 Обработка результатов измерений

Массовую долю железа X (%) в коагулянтах в диапазоне измерений (0,005-0,1) % вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_k}{m \cdot V_a \cdot 1000} \cdot 100,$$

где

m - масса навески коагулянта, г;

m_1 - количество ионов железа (III), найденное по градуировочному графику, мг;

V_K - приготовленный объем раствора коагулянта (раствор А), см³ ;

V_a - объем раствора коагулянта (раствор А), взятый для анализа, см³;

Массовую долю железа X (%) в коагулянтах в диапазоне измерений (0,1-1,0) % вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_{K1} \cdot V_{K2}}{m \cdot V_{a1} \cdot V_{a2} \cdot 1000} \cdot 100,$$

где

m - масса навески коагулянта, г;

m_1 - количество ионов железа (III), найденное по градуировочному графику, мг;

V_{K1} - приготовленный объем раствора коагулянта (раствор А), см³;

V_{K2} - приготовленный объем раствора коагулянта (раствор Б), см³;

V_{a1} - объем раствора коагулянта (раствор А), взятый для анализа, см³;

V_{a2} - объем раствора коагулянта (раствор Б), взятый для анализа, см³

При необходимости массовую долю железа в коагулянте можно представить в пересчете на содержание оксида железа (III) (Fe₂O₃).

Массовую долю железа в пересчете на оксид железа (Y , %) вычисляют по формуле

$$Y = X \cdot 1,4297,$$

где

X - массовая доля железа в коагулянте, %;

1,4297 - коэффициент пересчета железа на оксид железа (III).

Г.5 Оформление результатов измерений

Результаты измерений в протоколах, как правило, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \%$$

где

A - характеристика абсолютной погрешности результата измерения (%), которую рассчитывают по формуле:

$$A = 0,01 \cdot \delta \cdot X,$$

где

δ - значение показателя точности, % (таблица 7.14.1).

Результаты заносят в протокол анализа с точностью:

от 0,005% до 0,01% включ. - 0,001%;

от 0,01 % до 0,1 % включ. - 0,01%;

от 0,1 % до 1,0% включ. - 0,1 %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное значение допустимого расхождения между которыми не должно превышать 0,05% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Приложение Д Рекомендуемое

Определение массовой доли мышьяка методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием гидридной системы. (по ГОСТ 58580)

Метод основан на измерении резонансного поглощения света свободными атомами элемента при прохождении света определенной длины волны через атомный пар исследуемого образца, образующийся при восстановлении мышьяка боргидридом натрия до газообразных гидридов и ртути хлоридом олова.

Примечание - определение массовой доли указанных элементов в продукте возможно по иным аттестованным в установленном порядке методикам выполнения измерений, например – определение массовой доли мышьяка по [66].

Д.1 Средства измерений и вспомогательные устройства. Реактивы и материалы.

Д.1.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

- Атомно-абсорбционный спектрометр с пламенным атолизатором и дейтериевым корректором фона.

- Приставка генерации летучих гидридов.

- Анализатор ртути или ААС с кварцевой кюветой для холодного пара.

- Весы лабораторные общего назначения специального или высокого класса точности по [25] или по [26].

- Источники резонансного излучения - лампы с полым катодом (ЛПК) для As.

- Компрессор воздушный, соответствующий требованиям руководства по эксплуатации для спектрометра, или сжатый воздух в баллонах.

- Дозаторы с варьируемым объёмом 0,5-5,0 см³ по [34]

- Плитка электрическая по [29] или баня песчаная.

Примечание: допустимо использовать другие средства измерения утвержденных типов, обеспечивающие измерения с установленной точностью и имеющие характеристики не хуже вышеуказанных. Средства измерений должны быть поверены или калиброваны, в установленные сроки.

Д.1.2 Лабораторная посуда

Колбы мерные, вместимостью 10; 25; 50; 100; 1000 см³ по [51], класс точности 2.

Пипетки градуированные по [32] или с одной отметкой по [33], объемом 1; 5; 10; 20 см³, класс точности 2.

Стаканы химические термостойкие, вместимостью 50; 100; 250 см³, по [31].

Цилиндры мерные наливные, вместимостью 100 и 500 см³ по [51], класс точности 2.

Емкости из пластика (или стекла) для хранения проб и стандартных растворов вместимостью (50-100) см³.

Д.1.3 Реактивы и материалы

Вода бидистиллированная или деионизированная (дистиллированная вода по [27], перегнанная повторно или пропущенная через колонку с ионообменной смолой по [60] или вода для лабораторного анализа 2 степени чистоты по [28]).

Кислота азотная по [61] особой чистоты.

Кислота соляная по [62], особой чистоты.

Натрия боргидрид.

Натрия гидроокись по [59], х.ч.

Олово двухлористое, 2-водное, ч.д.а.

Калий марганцевокислый, ч.д.а. по [63].

Растворы государственных стандартных образцов (ГСО) элементов мышьяка (As) с концентрацией 0,1 мг/см³ или 1 мг/ см³.

Ацетилен растворенный и газообразный технический в баллонах по [65].

Аргон газообразный, высокой чистоты по [68]. Степень чистоты аргона (Марка А).

Фильтры обеззоленные «белая лента» или фильтры мембранные с диаметром пор 5 мкм любого производителя

Примечание: Допускается использование материалов и реактивов с характеристиками не хуже вышеуказанных.

Д.2 Подготовка аппаратуры.

Подготовку атомно-абсорбционного спектрометра (или анализатора ртути) к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Параметры спектрометра и генератора гидридов выбирают в соответствии с рекомендациями компании-производителя оборудования.

Для определения мышьяка (As) используется нагреваемая пламенем Т-образная ячейка. Для повышения чувствительности определения рекомендуется для определения ртути использовать специальную ячейку с увеличенной длиной оптического пути. При определении ртути на анализаторе используется специальная ячейка, входящая в комплект прибора.

Д.3 Приготовление растворов.

Д.3.1 Раствор гидроокиси натрия массовой доли 1%.

Около 10 г гидроокиси натрия (NaOH), взвешенной с точностью до 0,1 г, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Если раствор мутный его фильтруют через бумажный фильтр «белая лента». Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор используют для приготовления раствора боргидрида натрия в день приготовления.

Д.3.2 Раствор боргидрида натрия массовой доли 1%.

10 г боргидрида натрия (NaBH_4), взвешенных с точностью до 0,1 г, растворяют в 100 см³ раствора гидроокиси натрия массовой доли 1%. Если раствор мутный его фильтруют через бумажный фильтр «белая лента». Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки раствором гидроокиси натрия с массовой долей 1% и перемешивают. Раствор используют для проведения реакции гидрирования при определении мышьяка (As), селена (Se) и сурьмы (Sb) в день приготовления.

Д.3.3 Растворы соляной кислоты объемной доли 50, 10 и 5%.

В мерной колбе вместимостью 1 дм³ к небольшому количеству дистиллированной воды прибавляют 500, 100 или 50 см³ концентрированной соляной кислоты соответственно типу концентрации приготавливаемого раствора, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Для проведения анализа используются растворы соляной кислоты следующих концентраций:

50% раствор соляной кислоты. Применяется для проведения реакции гидрирования при определении мышьяка, селена и сурьмы.

10% раствор соляной кислоты. Используется для приготовления градуировочных растворов мышьяка (As).

5% раствор соляной кислоты. Применяется для проведения реакции гидрирования при определении ртути

Срок хранения растворов - 3 месяца при комнатной температуре.

Д.3.4 Раствор азотной кислоты объемной доли 5%.

В мерной колбе вместимостью 1 дм³ к небольшому количеству дистиллированной воды прибавляют 50 см³ концентрированной азотной кислоты, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор

азотной кислоты используется для приготовления градуировочных растворов ртути (Hg). Срок хранения раствора - 3 месяца при комнатной температуре.

Д.3.5 Раствор двухлористого олова с массовой долей 5%.

60,0 г двухлористого олова ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), взвешенных с точностью до 0,1 г, растворяют при нагревании на электроплитке или песчаной бане в 100 см³ концентрированной соляной кислоты. Если раствор мутный его фильтруют через бумажный фильтр «белая лента», предварительно смоченный дистиллированной водой. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор используют при определении ртути в день приготовления.

Д.3.6 Раствор марганцевокислого калия с содержанием 50 г/дм³

5,0 г марганцевокислого калия, взвешенных с точностью до 0,1 г, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят объем раствора до 100 см³ и перемешивают. Раствор хранят в бутылках из темного стекла с притертой пробкой. Раствор используется для приготовления градуировочных растворов ртути (Hg). Срок хранения растворов - 3 месяца при комнатной температуре.

Д.3.7 Приготовление градуировочных растворов.

Вскрывают ампулу ГСО, содержащего 0,1 мг/см³ или 1 мг/см³ элемента и соответствующим разбавлением получают:

0,1 мг/см³ 5/50 10 мг/дм³ 1/100 0,1 мг/дм³ или 1 мг/см³ 5/50 0,1 мг/см³ 5/50 10 мг/дм³ 1/100 0,1 мг/дм³. Для разбавления стандартных растворов мышьяка 10% раствор соляной кислоты.

Для разбавления стандартных растворов ртути в колбы с градуировочными растворами прибавляют 1-2 капли раствора марганцевокислого калия (по Л.3.6) и доводят до метки раствором азотной кислоты (по Л.3.4).

Готовят пять градуировочных растворов таким образом, чтобы диапазон массовых концентраций в них не выходил за границы линейной зависимости абсорбции от концентрации для используемого прибора. Для проведения анализа с применением спектрометра iCE 3300 с гидридной приставкой VP 100 рекомендуется готовить градуировочные растворы со следующей массовой концентрацией:

0,1 мг/дм³ 1/100 1 мкг/дм³ - (1 см³ раствора с концентрацией 0,1 мг/дм³ с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают. Концентрация полученного раствора 1 мкг/дм³)

0,1 мг/дм³ 5/100 5 мкг/дм³

0,1 мг/дм³ 10/100 10 мкг/дм³

0,1 мг/дм³ 20/100 20 мкг/дм³

10 мг/дм³ 0,5/100 50 мкг/дм³

Растворы используют в день приготовления.

Д.4 Подготовка пробы к анализу

Указанное в таблице Л.2 количество продукта взвешивают на аналитических весах в стеклянном стакане с точностью до 0,01 г и растворяют в 25 - 30 см³ указанного в таблице раствора кислоты в зависимости от определяемого элемента, нагревают на электроплитке или песчаной бане, не допуская кипения, примерно 15 минут, охлаждают до комнатной температуры, фильтруют через бумажный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки соответствующим раствором кислоты. Пробу готовят в двух повторностях. Срок хранения приготовленной пробы - 10 дней при комнатной температуре.

Таблица Д.2

Продукт	Навеска	Определяемый элемент	Раствор кислоты
Твердый продукт	1,000 г	мышьяк (As)	10% (V/V) раствор соляной кислоты
Жидкий продукт	1,000 г		5% (V/V) раствор азотной кислоты

Д.5 Подготовка прибора к работе и выполнение измерений.

Д.5.1 Метод генерации гидридов

Подключение генератора, включение, настройку и вывод на рабочие режимы генератора и атомно-абсорбционного спектрометра проводят по прилагаемым к приборам техническим инструкциям.

Режим работы спектрометра - атомно-абсорбционный с корректором неселективных помех и измерением интегральных значений абсорбции.

Способ разогрева кварцевой кюветы - с помощью пламени. Для определения ртути нагрев не производится.

Разогрев кюветы выполняют в две стадии - в течение 5 мин разогревают кювету при одновременном ее продуве воздухом, затем включают продув аргоново-воздушной смесью с объемной долей воздуха 5 - 10% и продолжают разогрев еще 5-7 мин.

Расход испытуемого и градуировочных растворов на одно определение регламентируется технической документацией на используемый тип генератора гидридов и для всех типов генераторов не должен превышать 10 см³.

Измеряют абсорбцию градуировочных растворов в порядке возрастания массовой концентрации определяемого элемента.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость показаний прибора от количества определяемого элемента (мкг/дм³), устанавливают по среднеарифметическим результатам трех измерений для каждой точки за вычетом среднеарифметического

трех измерений холостой пробы (раствора соответствующей кислоты).

Д.6 Обработка результатов анализа.

Содержание элемента в образце выражают в мг/кг Al или %. Для расчета используют формулы, приведенные в **Приложении К, п. К.6**. За окончательный результат принимают результат единичного измерения или среднее арифметическое результатов параллельных определений.

Таблица Г.3 Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости, показатели точности измерений

Элемент	Диапазон измерений, мг/кг Al	Предел повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Предел воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель точности (границы Относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm \delta$, %
Мышьяк (As)	10-200	43	39	59

Д.7 Оформление результатов измерений

Результаты измерений в протоколах, как правило, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \%$$

где:

Δ - характеристика абсолютной погрешности результата измерения (%), которую рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X,$$

где:

δ - значение показателя точности массовой доли элементов, % (таблица Л.3).

Приложение Е Рекомендуемое

Определение массовой доли мышьяка методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией (по ГОСТ 58580)

Метод основан на измерении интенсивности поглощения излучения резонансной длины волны атомным паром определяемого элемента, образующимся в результате электротермической атомизации пробы в графитовой печи спектрометра, с последующим определением массовых концентраций элементов по установленным градуировочным характеристикам.

Таблица Е.1. Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости

Определяемый элемент	Диапазон измерений, %	Показатель повторяемости (стандартное отклонение повторяемости), σ_r , %	1. Показатель воспроизводимости (стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Показатель точности, (границы относительной погрешности при $P=0,95$), $\pm \delta$, %
Мышьяк	0,00005 – 0,0010	10	22	43

Е.1 Средства измерений и вспомогательные устройства.

Реактивы и материалы.

Е.1.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

- Атомно-абсорбционный спектрометр с электротермическим атомизатором и Зеемановским корректором фона.
- Весы лабораторные общего назначения по [25] специального или высокого класса точности.

- Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по [27] или воды для лабораторного анализа степени чистоты 2 по [28].

- Дозаторы объёмом дозирования (0,1 – 5) см³ по [34].

Е.1.2 Лабораторная посуда

Лабораторная посуда по Приложению Д, п. Д.1.2.

Е.1.3 Реактивы и материалы

-Аргон газообразный, высокой чистоты по [64].

-Вода дистиллированная по [27] или вода для лабораторного анализа по [28] (2-ой степени чистоты), (далее – вода дистиллированная).

- Растворы государственных стандартных образцов (ГСО) мышьяка, с концентрацией 1мг/см³

- Кислота азотная, особой чистоты, по [61].

- Магний азотнокислый, 6-водный, Mg(NO₃)₂*6H₂O, по [67], или водный раствор нитрата магния с массовой концентрацией 1 % (раствор модификатора матрицы).

-Палладий металлический, порошок, (Pd) 99,95% чистоты по [68] или раствор нитрата палладия в 15% азотной кислоте с массовой концентрацией металла 10 г/дм³ (раствор модификатора матрицы).

-Фильтры обеззоленные «белая лента» или фильтры мембранные с диаметром пор 5 мкм.

Допускается использовать готовые растворы фирмы Perkin Elmer или Merck, реактивы более высокой квалификации, а также материалы с аналогичными или лучшими характеристиками.

Е.2 Подготовка оборудования

Устанавливают оптимальные режимы определения для каждого элемента в соответствии с инструкцией по эксплуатации

спектрометра. Оптимальные режимы определения элементов подбираются индивидуально для каждого прибора.

Примечание – В зависимости от типа атолизатора, от степени износа атолизатора и контактных цилиндров возможно изменение параметров температурного режима: температуры сушки, времени сушки, температуры озоления, температуры атомизации, количества модификатора матрицы.

Е.3 Приготовление растворов

Е.3.1 Раствор азотной кислоты объемной доли 5%

В мерную колбу вместимостью 1 дм³, наполовину заполненную дистиллированной водой, осторожно прибавляют 50 см³ концентрированной азотной кислоты, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца при температуре окружающей среды.

Е.3.2 Основной градуировочный раствор элементов с массовой концентрацией 100 мг/дм³

5 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объём до метки 5% раствором азотной кислоты и перемешивают. Полученный исходный градуировочный раствор содержит 100 мг/дм³ элемента. Срок хранения раствора – 2 месяца при температуре (2 – 10) по °С.

Е3.3 Промежуточный градуировочный раствор с массовой концентрацией 10 мг/дм³

2,5 см³ исходного градуировочного раствора с массовой концентрацией 100 мг/дм³ с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят объём раствора до метки 5% раствором азотной кислоты и перемешивают. Массовая концентрация мышьяка в полученном градуировочном растворе составляет 10 мг/дм³. Срок хранения раствора – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С

Е.3.4. Промежуточный градуировочный раствор мышьяка с массовой концентрацией 1 мг/дм³

2,5 см³ промежуточного градуировочного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм³ с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят объём раствора до метки 5% раствором азотной кислоты и перемешивают. Массовая концентрация мышьяка в полученном градуировочном растворе составляет 1 мг/дм³. Срок хранения раствора – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

Е.3.5 Рабочий градуировочный раствор мышьяка с массовой концентрацией 0,1 мг/дм³ (раствор А)

10 см³ промежуточного градуировочного раствора с массовой концентрацией 1 мг/дм³ с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объём раствора до метки 5% раствором азотной кислоты и перемешивают. Массовая концентрация элемента в полученном рабочем градуировочном растворе А – 0,1 мг/дм³. Срок хранения раствора – 14 суток при температуре (2 – 10) °С.

Е.3.6 Рабочий градуировочный раствор мышьяка с массовой концентрацией 0,04 мг/дм³ (раствор Б)

1 см³ промежуточного градуировочного раствора с массовой концентрацией 1 мг/дм³ с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят объём раствора до метки 5% раствором азотной кислоты и перемешивают. Массовая концентрация *мышьяка* в полученном рабочем градуировочном растворе Б – 0,04 мг/дм³. Срок хранения раствора – 10 суток при температуре (2 – 10) °С.

Примечание: допускается готовить другие объёмы растворов.

Шкалу градуировочных растворов определяемого *мышьяка* готовят из рабочих градуировочных растворов с помощью

программируемого автосамплера. Для мышьяка рекомендуется использовать градуировочные растворы в диапазоне концентраций (0,005-0,100) мг/дм³

Е.3.7 Растворы палладия (модификатора матрицы)

(1,00 ± 0,01) г металлического палладия помещают в термостойкий химический стакан вместимостью 25 см³, добавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты и нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения палладия. По охлаждению раствор количественно фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения полученного исходного раствора модификатора массовой концентрации 10 г/дм³ не ограничен при температуре (2 – 10) °С.

Рабочий раствор палладиевого модификатора массовой концентрации 1 г/дм³ готовят, разбавляя исходный раствор в 10 раз 5% раствором азотной кислоты. Срок хранения раствора – 6 месяцев при температуре (2 – 10) °С.

Примечание – Допускается использовать в качестве исходного готовый раствор нитрата палладия в азотной кислоте массовой концентрации 10 г/дм³, например, производства фирмы Perkin Elmer или Merck.

Е.3.8 Растворы нитрата магния (модификатора матрицы)

(5,19 ± 0,01) г соли Mg(NO₃)₂*6H₂O растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Раствор содержит 30 мг/см³ Mg(NO₃)₂. Для приготовления рабочего раствора модификатора 5 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора до метки 5% раствором азотной кислоты и тщательно перемешивают. Рабочий раствор модификатора содержит 3 мг/см³ Mg(NO₃)₂. Срок хранения раствора – 6 месяцев при температуре (2 – 10) °С.

Примечание – Допускается готовить рабочий раствор модификатора матрицы из готового раствора нитрата магния, например, фирмы Perkin Elmer. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 15 см³ исходного раствора нитрата магния и доводят до метки 5% раствором азотной кислоты.

Е.4 Установление градуировочной характеристики

Измеряют абсорбцию градуировочных растворов в порядке возрастания массовой концентрации определяемого элемента. При этом для измерения массовой концентрации мышьяка в качестве модификатора матрицы рекомендуется использовать раствор палладия с массовой концентрацией 1 г/дм³. В качестве раствора сравнения (Blank) используют 5% раствор азотной кислоты.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость показаний прибора от массовой концентрации *мышьяка* (мг/дм³), устанавливают по среднеарифметическим результатам двух измерений для каждой точки за вычетом среднеарифметического двух измерений раствора холостой пробы (5% раствор азотной кислоты).

Е.5 Подготовка проб к выполнению измерений

Подготовка пробы выполняется по ГОСТ 58580, Приложению К, п. К.4 При определении мышьяка могут возникать спектральные и матричные помехи, поэтому подготовленные в соответствии с п. К.4 Приложения К пробы реагентов для водоподготовки при необходимости дополнительно разбавляют в 2 – 5 раз, или выполняют измерение по методу стандартных добавок.

Е.6 Выполнение измерений

Подготовленные пробы анализируют на приборе в условиях, указанных в п. М.2. В каждом случае проводят два параллельных измерения и по среднему арифметическому значению рассчитывают массовую концентрацию мышьяка в пробе.

В случае дальнейшего разбавления подготовленных проб содержание элемента (X , мг/дм³) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{A \cdot V_1}{V},$$

где:

A – содержание элемента в анализируемом растворе, найденное по градуировочному графику, мг/дм³;

V_1 – объем колбы, в которой проводили разбавление, см³;

V – аликвота анализируемой пробы, см³.

Е.7 Оформление результатов измерений

Результаты количественного определения мышьяка в реагентах для водоподготовки выражают в массовых долях и в протоколах анализа представляют в виде:

$$C_p \pm \Delta, \%, P = 0,95,$$

где $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot C$, δ – значение показателя точности, % (таблица М.1).

Концентрацию мышьяка в массовых долях $C_{ж}$ (%) и мг/кг Al рассчитывают по формулам, приведенным в ГОСТ 58580, Приложению К п. К.6.

Приложение Ж Рекомендуемое

Определение массовой доли свободной серной кислоты

Ж.1 Средства измерения, реактивы и растворы

Бюретка по ГОСТ 2925.

Пипетки по ГОСТ 29169.

Цилиндр по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3%; готовят по ГОСТ 4517.

Калий щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5868, раствор концентрации с $(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 1$ моль/дм³, нейтрализованный следующим образом: к 25 см³ раствора щавелевокислого калия прибавляют 25 см³ раствора хлористого магния и нейтрализуют раствором серной кислоты или гидроксида натрия по метиловому красному. На основании полученных данных нейтрализуют серной кислотой (гидроксидом натрия) весь приготовленный для анализов объем раствора щавелевокислого калия.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации с $(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации с $(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1.

Магний хлористый 6-водный по ГОСТ 4209, раствор

концентрации с $(\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 1$ моль/дм³, нейтрализованный раствором соляной кислоты по метиловому красному.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,2%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации с $(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Ж.2 Проведение анализа

Ж.2.1 Проведение анализа

7,5 г сульфата алюминия взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и приливают туда же 150 см³ воды, нагретой до 60 - 70 °С. Раствор охлаждают, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют через два складчатых фильтра в сухую колбу, отбрасывая первые 10 - 15 см³ фильтрата. Фильтрат сохраняют для определения железа, мышьяка и свободной серной кислоты. 10 см³ фильтрата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и подкисляют серной кислотой по метиловому оранжевому. Приливают в колбу 25 см³ раствора трилона Б и нейтрализуют аммиаком до изменения цвета раствора на желтый. Раствор кипятят 2 - 3 мин, охлаждают до комнатной температуры, приливают 10 см³ буферного раствора, 4 капли раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором азотнокислого или сернокислого цинка до перехода лимонно-желтой окраски анализируемого раствора в розово-фиолетовую.

Одновременно проводят контрольный опыт с тем же

количеством реактивов, но без анализируемого раствора.

Ж.2.2 20 см³ раствора, полученного по п. Е.2.1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 4 - 5 капель пероксида водорода и дают постоять 3 - 4 мин. Затем пипеткой приливают 5 см³ раствора серной кислоты, 25 см³ раствора щавелевокислого калия, 6 капель раствора метилового красного, 25 см³ раствора хлористого магния и медленно, при интенсивном взбалтывании, титруют раствором гидроокиси натрия до перехода розовой окраски раствора в желтую.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого раствора.

Ж.3 Обработка результатов

Продукт считают выдержавшим испытание при выполнении условия: $(V - V_1) \leq 0$,

где V - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

Массовую долю свободной серной кислоты (X_3) в процентах для продукта 2-го сорта вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0049 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 20},$$

ГОСТ Р

(вторая редакция)

где 0,0049 - масса серной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m - масса навески анализируемого продукта, г.

Приложение 3

Плотность сульфата алюминия

Определяют по [49] (п. 1), измерение проводится с помощью ареометра.

Примечание: допустимо использовать другие средства измерения утвержденных типов, обеспечивающих измерения с установленной точностью и иметь характеристики не хуже вышеуказанных. Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Библиография

[1]	ГОСТ 30813-2002 Вода и водоподготовка. Термины и определения
[2]	ГОСТ Р 51642-2000 Коагулянты для хозяйственно-питьевого водоснабжения. Общие требования и метод определения эффективности
[3]	ГОСТ 8.579-2019 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Требования к количеству фасованных товаров при их производстве, фасовании, продаже и импорте (с Поправкой)
[4]	ГОСТ 26319-84 Грузы опасные. Упаковка
[5]	ГОСТ 26663-85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования. Общие технические требования
[6]	ГОСТ 33757-2016 Поддоны плоские деревянные. Технические условия
[7]	ГОСТ 3885-73 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение
[8]	ГОСТ 14192-96 Маркировка грузов
[9]	ГОСТ 31340-2013 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования
[10]	ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
[11]	ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
[12]	ГОСТ 12.4.011-89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация
[13]	ГОСТ 12.4.296-2015 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Респираторы фильтрующие. Общие технические условия
[14]	ГОСТ 20010-93 Перчатки резиновые технические. Технические условия
[15]	ГОСТ 12.4.020-82 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук. Номенклатура показателей качества
[16]	ГОСТ 27025-86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний
[17]	ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
[18]	ГОСТ 12.0.004-2015 Система стандартов безопасности труда. Организация

	обучения безопасности труда. Общие положения
[19]	ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования
[20]	ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание
[21]	ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
[22]	СанПиН 1.2.3685-21 "Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания"
[23]	ГОСТ 17.2.3.02-2014 Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями
[24]	ГОСТ 12.3.009-76 Система стандартов безопасности труда. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности
[25]	ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
[26]	ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
[27]	ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
[28]	ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия
[29]	ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
[30]	ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
[31]	ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
[32]	ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
[33]	ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

[34]	ГОСТ 28311 -89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний
[35]	ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
[36]	ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
[37]	ГОСТ 3773-72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия
[38]	ГОСТ 4234-77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия
[39]	ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
[40]	ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
[41]	ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
[42]	ГОСТ 199-78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия
[43]	ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия
[44]	ГОСТ 4174-77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия
[45]	ГОСТ 5106-77 Реактивы. Цинк азотнокислый 6-водный. Технические условия (с Изменением N 1)
[46]	ГОСТ 5962-2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия
[47]	ГОСТ 4517-2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
[48]	ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
[49]	ГОСТ 18995.1-73 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности
[50]	ГОСТ 8.135-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения
[51]	ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
[52]	ГОСТ 4520-78 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая Сводная. Технические условия
[53]	ГОСТ 4108-72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия
[54]	ГОСТ 1277-75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия
[55]	ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

[56]	ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия
[57]	ГОСТ 8984-75 Силикагель-индикатор. Технические условия
[58]	ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия
[59]	ГОСТ 5456-79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
[60]	ГОСТ 20298-74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия
[61]	ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
[62]	ГОСТ 14261-77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
[63]	ГОСТ 20490-75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия
[64]	ГОСТ 10157-2016 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
[65]	ГОСТ 5457-75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
[66]	ГОСТ 4152 Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации мышьяка
[67]	ГОСТ 11088, Реактивы. Магний нитрат 6-водный. Технические условия
[68]	ГОСТ 31291. Палладий аффинированный. Технические условия
[69]	ГОСТ 10398-2016 Реактивы и особо чистые вещества