# МКС 73.060.99

## Изменение № 1 ГОСТ 33209-2014 Руды медесодержащие и полиметаллические и продукты их переработки. Метод измерений массовой доли железа

**Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации** (протокол № от\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС №

**За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств:** **AZ, AM, BY, GE, KZ, KG, MD, RU, TJ, TM, UZ** [коды альфа-2 по ‒ МК (ИСО 3166) 004]

**Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации**

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты и/или классификаторы:»

заменить датированные ссылки на недатированные;

ГОСТ 6709 дополнить знаком сноски − **\*,** дополнить сноской:

«\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\*На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144-2018 «Вода дистиллированная. Технические условия»;

дополнить нормативными документами:

«ГОСТ 13610 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия

ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

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

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

сноску \*\* изложить в новой редакции:

«\*\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002»;

примечание изложить в новой редакции:

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

Раздел 4. Первый абзац. Четвертое перечисление дополнить нормативной ссылкой: ГОСТ OIML R 76-1;

седьмое перечисление изложить в новой редакции:

«- стаканы В-1-100 ТС, В(Н)-1-250 ТХС, В(Н)-1-400 ТХС, В(Н)-1-1000 ТХС по   
ГОСТ 25336»;

11-е перечисление изложить в новой редакции:

«- бюретки 1-1-2-25-0,1; 1-1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251»;

второй абзац. Девятое перечисление. Исключить слова: «по техническим условиям [1]»;

10-е перечисление изложить в новой редакции:

«- железо карбонильное по ГОСТ 13610 или особо чистое»;

17-е перечисление изложить в новой редакции:

«- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1, 1:4, 1:9»;

18-е перечисление изложить в новой редакции:

«- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1, 1:19; 1:90, 1:100, и раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм3»;

21-е перечисление. Исключить слова: «по техническим условиям [3]»;

23-е перечисление. Исключить слова: «по техническим условиям [4]»;

24-е перечисление. Исключить слова: «по техническим условиям [5]»;

28-е перечисление изложить в новой редакции:

«- олово двухлористое, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм3 и   
100 г/дм3,»;

29-е перечисление изложить в новой редакции:

«- ртуть (II) хлористую, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм3;»

33-е перечисление изложить в новой редакции:

«- фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)».

Первый абзац дополнить перечислениями:

«- чашки стеклоуглеродные или фторопластовые;

- мензурки или цилиндры по ГОСТ 1770»;

- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С»;

- «баню водяную»;

- ступку и пестик»;

второй абзац дополнить перечислениями:

«- натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199»;

- аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой концентрацией   
100 г/дм3»;

- олово гранулированное».

Пункт 6.1 изложить в новой редакции:

«6.1 При приготовлении растворов двухлористого олова в стакан вместимостью   
1000 см3 приливают 250 см3 соляной кислоты, затем небольшими порциями при постоянном перемешивании добавляют 40 или 100 г соли олова двухлористого, нагревают содержимое стакана на водяной бане до полного растворения навески. Полученный раствор охлаждают, доливают до 1000 см3 водой и перемешивают. В полученный раствор добавляют 2 гранулы металлического олова.

Срок годности раствора один год».

Пункт 6.3.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«При приготовлении растворов двухромовокислого калия молярной концентрации эквивалента 0,025 (0,05; 0,1) моль/дм3 навеску перекристаллизованной соли массой 1,2258 (2,4516; 4,9032) г растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см3, доливают водой до метки и перемешивают»;

последнее предложение изложить в новой редакции:

«Для этого навеску соли массой 1,23 (2,45; 4,90) г растворяют в 1000 см3 воды в стакане вместимостью 1000 см3»;

дополнить абзацем:

«Массовая концентрация раствора двухромовокислого калия молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм3, выраженная в граммах железа, равна 0,005584 г».

Пункт 6.5 изложить в новой редакции: «При приготовлении раствора дифениламисульфоната натрия 0,2 г соли растворяют в 1000 см3 фосфорной кислоты, разбавленной 1:4».

Раздел 6 дополнить пунктами 6.10–6.15:

«6.10 Подготовка натрия тетраборнокислого (обезвоживание): Натрий тетраборнокислый помещают в фарфоровую чашку и высушивают при температуре 105 ºC в течение времени от 3 до 3,5 ч, периодически перемешивая. Высушенную соль охлаждают и хранят в банке с плотно закрытой крышкой.

Высушенную соль помещают в платиновую чашку и постепенно нагревают в муфельной печи до температуры 400 ºC и прокаливают при указанной температуре в течение 30 мин либо помещают соль в муфельную печь при температуре 440 ºC, нагревают до температуры 450 ºC и прокаливают при указанной температуре в течение времени от 3 до 5 мин.

6.11 При приготовлении смеси для сплавления тщательно перемешивают (растирают в ступке) одну весовую часть обезвоженного натрия тетраборнокислого с двумя частями натрия углекислого безводного. Смесь хранят в банке с завинчивающейся крышкой.

Срок годности смеси для сплавления один год.

6.12 При приготовлении раствора соляной кислоты, разбавленной 1:90, к девяноста объемам воды приливают один объем соляной кислоты, охлаждают на воздухе и перемешивают. Срок годности раствора один год.

6.13 При приготовлении раствора аммония роданистого с массовой концентрацией 100 г/дм3 навеску соли массой 100 г растворяют в 1000 см3 воды. Срок годности раствора   
1 год.

6.14 При приготовлении раствора хлорида ртути с массовой концентрацией 20 г/дм3 навеску соли массой 20 г растворяют в 1000 см3 воды. Срок годности раствора 1 год.

6.15 При приготовлении раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, к четырем частям воды, осторожно, при перемешивании приливают 1 часть серной кислоты. Раствор охлаждают, перемешивают. Срок годности раствора один год.»

Раздел 7 дополнить пунктом 7.1а перед пунктом 7.1:

«7.1а Разложение для материалов с содержанием оксида кремния от 30 % и при содержании меди от 0,5 %.

Навеску пробы массой от 0,1 до 1,0 г помещают в стеклоуглеродную или фторопластовую чашку, приливают 5 см3 азотной кислоты и выдерживают при комнатной температуре до прекращения бурной реакции. Затем приливают 15 см3 соляной кислоты, от 10 до 20 см3 фтористоводородной кислоты и растворяют при медленном нагревании в течение времени от 20 до 30 мин. Затем нагрев увеличивают и выпаривают содержимое чашки досуха. Чашку снимают с плиты, охлаждают, приливают 5 см3 соляной кислоты и выпаривают досуха. Чашку снимают с плиты, охлаждают, приливают от 10 до 20 см3 соляной кислоты и растворяют содержимое чашки при умеренном нагревании.

Чашку снимают с плиты, охлаждают и фильтруют содержимое чашки через фильтр «синяя лента» в стакан вместимостью 400 см3. Стенки чашки обмывают 2-3 раза раствором соляной кислоты, разбавленной 1:90, обтирают куском фильтровальной бумаги и помещают его на фильтр с осадком. Осадок на фильтре промывают горячей водой до исчезновения желтой окраски хлорида железа (III). Фильтрат сохраняют (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, сжигают и озоляют в муфельной печи при температуре от 800 ⁰С до 850 ⁰С в течение времени от 30 до 40 мин. Содержимое тигля охлаждают и прибавляют от 1,5 до 2 г смеси для сплавления. Тигель помещают в муфельную печь, предварительно нагретую до температуры от 450 ⁰С до 500 ⁰С. Нагревают муфельную печь до температуры 1000 ⁰С и сплавляют содержимое тигля при этой температуре в течение 5 мин.

Тигель вынимают из муфельной печи, охлаждают, стенки тигля обмывают водой, помещают в стакан с основным раствором и выщелачивают содержимое тигля при умеренном нагревании.

Тигель вынимают из стакана и обмывают над стаканом водой. Содержимое стакана упаривают до объема 100 см3 и охлаждают до комнатной температуры. К раствору приливают 1 см3 пероксида водорода и аммиака водного до выпадения осадка и затем еще от 10 до 15 см3. Накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до кипения. Затем оставляют на 20 мин в теплом месте для коагуляции осадка.

Содержимое стакана фильтруют через фильтр «синяя лента», осадок на фильтре промывают 5-10 раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют в 10 см3 соляной кислоты в стакан, в котором проводилось осаждение и промывают фильтр 3-4 раза горячим раствором соляной кислоты, разбавленной 1:90, затем горячей водой до отрицательной реакции промывных вод на трехвалентное железо с раствором аммония роданистого с массовой концентрацией   
100 г/дм3.

Раствор упаривают до объема от 50 до 70 см3, не допуская кипения.

Подраздел 7.2 дополнить пунктом 7.2.2а перед пунктом 7.2.2:

«7.2.2а Стакан с раствором, полученным по 7.1а, накрывают часовым стеклом и нагревают до кипения, снимают с плиты, обмывают стекло над стаканом и приливают к горячему раствору по каплям раствор хлорида олова с массовой концентрацией 100 г/дм3 до обесцвечивания раствора и еще 1-2 капли. К содержимому стакана приливают 50 см3 воды и охлаждают на водяной бане.

После охлаждения стенки стакана обмывают водой, приливают 5 см3 раствора хлорида ртути с массовой концентрацией 20 г/дм3 и дают отстояться от 5 до 10 мин до образования легкой мути.

Примечание – Если осадок не образуется или он окрашен в темный цвет металлической ртутью, то анализ повторяют.

К полученному раствору приливают 15 см3 раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, 20 см3 смеси ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:4 и 0,2 г дифениламиносульфоната натрия и сразу титруют раствором калия двухромовокислого до перехода зеленой окраски раствора в темно-фиолетовую».

Элемент «Библиография» исключить.

Генеральный директор

АО «Уралмеханобр» К.В. Булатов

Руководитель разработки

Начальник отдела стандартизации М.В. Минеева

Заведующий аналитической

лабораторией А.В. Верхорубова

Зам. заведующего

Аналитической лабораторией Е.А. Давыдова