**Изменение № 1**

**к СТ РК 2288-2013 «Кислота промывная. Технические условия»**

1. Раздел 2 дополнить следующими нормативными документами:

«ГОСТ 12.4.243-2013 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная дополнительная для работ с радиоактивными и химически токсичными веществами.

ГОСТ 1467-93 Кадмий. Технические условия.

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

2. В разделе 2 стандарты:

«СТ РК 2.4-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения» заменить на «СТ РК 2.4-2019 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения»;

«СТ РК 2.18-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Методики выполнения измерений. Порядок разработки, метрологической аттестации, регистрации и применения» заменить на «СТ РК 2.18-2019 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Методики выполнения измерений. Порядок разработки, метрологической аттестации, регистрации и применения»;

«ГОСТ 8.010-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения» заменить на «ГОСТ 8.010-2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения»;

«ГОСТ 12.4.121-83 Система стандартов безопасности труда. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия» заменить на «ГОСТ 12.4.121-2015 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Противогазы фильтрующие. Общие технические условия»;

«ГОСТ 4212-76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа» заменить на «ГОСТ 4212-2016 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа»;

«ГОСТ 4517-87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе»» заменить на «ГОСТ 4517-2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе»;

«ГОСТ Р 12.4.248-2008 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная для защиты от растворов кислот. Технические требования» заменить на «ГОСТ 12.4.251-2013 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная для защиты от растворов кислот. Технические требования».

3. Из раздела 2 исключить:

ГОСТ 15934.16-80 Концентраты медные. Методы определения селена (теллура);

ГОСТ 15934.17-80 Концентраты медные. Методы определения теллура;

ГОСТ 19433-88 Грузы опасные. Классификация и маркировка;

ГОСТ 26100-84 Концентраты медные. Атомно-абсорбционный метод определения свинца, цинка, кадмия.

4. Пункт 4.5 исправить ссылки на межгосударственные стандарты «ГОСТ Р 12.4.248» на «ГОСТ 12.4.251», «ГОСТ Р 12.4.240» на «ГОСТ 12.4.243».

5. По всему тексту внести диапазоны измерений и названия, определяемых элементов:

Раздел 6.2, пункт 6.2.1, второй абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на«серной кислоты от 50,0 г/дм3 до 200,0 г/дм3»;

раздел 6.3, пункт 6.3.1, третий абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «рения не менее 0,100 г/дм3»;

раздел 6.4, пункт 6.4.1, второй абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «осмия от 0,1 г/дм3 до 20,0 г/дм3»;

раздел 6.5, пункт 6.5.1, второй абзац изложить в новой редакции: «Метод предназначен для определения массовых концентраций цинка от 0,1 г/дм3 до 10,0 г/дм3, кадмия от 0,1 г/дм3 до 1,0 г/дм3 и свинца от 0,001 г/дм3 до 0,01 г/дм3».

раздел 6.6, пункт 6.6.1, второй абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «кремния от 0,1 г/дм3 до 1,0 г/дм3»;

раздел 6.7, наименование раздела изложить в новой редакции: «Спектрофотометрический метод определения массовой концентрации селена в промывной кислоте»;

раздел 6.7, пункт 6.7.1, второй абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «селена от 0,0001 г/дм3 до 0,10 г/дм3»;

раздел 6.8, пункт 6.8.1, второй абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «мышьяка от 0,1 г/дм3 до 10,0 г/дм3»;

раздел 6.9, пункт 6.9.1, второй абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «хлористых соединений от 0,1 г/дм3 до 10,0 г/дм3»;

раздел 6.9, пункт 6.9.2 исключить шестнадцатый абзац;

раздел 6.10, в наименовании раздела заменить слово «Методы» на слово «Метод», убрать курсивное написание;

раздел 6.10, пункт 6.10.1, подпункт 6.10.1.1, второй абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «калия от 0,5 г/дм3 до 5,0 г/дм3 и натрия от 0,1 г/дм3 до 1,0 г/дм3»;

раздел 6.11, пункт 6.11.1, подпункт 6.11.1.1, третий абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «меди от 0,01 г/дм3 до 1,0 г/дм3»;

раздел 6.11, пункт 6.11.2 заменить слово «Колориметрический» на слово «Фотометрический»;

раздел 6.11, пункт 6.11.2, подпункт 6.11.2.1, третий абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «меди от 0,01 г/дм3 до 1,0 г/дм3»;

раздел 6.11 заменить нумерацию пунктов и подпунктов «6.11.4 на 6.11.3, 6.11.4.1 на 6.11.3.1, 6.11.4.2 на 6.11.3.2, 6.11.4.3 на 6.11.3.3, 6.11.4.3.1 на 6.11.3.3.1, 6.11.4.4 на 6.11.3.4, 6.11.4.5 на 6.11.3.5, 6.11.4.5.1 на 6.11.3.5.1»;

раздел 6.11, пункт 6.11.3, подпункт 6.11.3.1, третий абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «меди от 0,01 г/дм3 до 1,0 г/дм3»;

раздел 6.12, пункт 6.12.1, подпункт 6.12.1.1, второй абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «железа от 0,05 г/дм3 до 1,0 г/дм3»;

пункт 6.12.2 исключить слова: «СТ ТОО 050140000656-V-8.17.141»;

подпункт 6.12.2.1, второй абзац изложить в новой редакции: «Метод предназначен для определения массовых концентраций железа и меди от 0,01 г/дм3 до 1,0 г/дм3»;

раздел 6.13, пункт 6.13.1, третий абзац после слов «массовой концентрации» слова «*элемента* от … г/дм3 до … г/дм3» заменить на «теллура от 0,001 г/дм3 до 0,10 г/дм3».

5. Раздел 6.14, наименование раздела изложить в новой редакции: «Атомно-абсорбционный метод определения массовых концентраций свинца, цинка, кадмия и теллура в промывной кислоте»;

исключить слова: «см. Приложение 2 - СТ ТОО 050140000656-V-8.17.141 (методика выполнения измерений)»;

раздел 6.14 дополнить текстом:

*«6.14.1 Метод измерений*

Метод основан на атомно-абсорбционном определении массовых концентраций свинца, цинка, кадмия и теллура в промывной кислоте без кислотного разложения (непосредственно в самой кислоте).

Метод предназначен для определения массовых концентраций свинца от 0,001 г/дм3 до 0,01 г/дм3, цинка от 0,04 г/дм3 до 10 г/дм3, кадмия от 0,1 г/дм3 до 1,0 г/дм3 и теллура от 0,001 г/дм3 до 0,01 г/дм3.

*6.14.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Атомно-абсорбционный анализатор.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Лампы полого катода, излучающие спектр свинца, цинка, кадмия и теллура.

Стаканы высокие вместимостью 100 см3 по ГОСТ 25336.

Колбы конические вместимостью 100, 250, 1000 см3 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500, 1000 см3 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные второго класса точности вместимостью 1, 5, 10 см3 по   
ГОСТ 29227.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:3.

Свинец металлический по ГОСТ 3778 марки С1.

Цинк металлический гранулированный по ГОСТ 3640.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467.

Теллур по НД.

*6.14.3 Подготовка к выполнению измерений*

6.14.3.1 Приготовление стандартных растворов.

Стандартные растворы свинца:

Раствор А: навеску свинца марки С1 массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см3 и растворяют в 30-40 см3 азотной кислоты, разбавленной 1:3, приливают 100 см3 дистиллированной воды, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм3, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

В 1 см3 растворе А содержится 1,0 мг свинца.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см3 отбирают пипеткой 10 см3 раствора А, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

В 1 см3 раствора Б содержится 0,1 мг свинца.

Стандартные растворы цинка:

Раствор А: навеску гранулированного цинка массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см3, приливают 100 см3 соляной кислоты 1:1. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм3, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

В 1 см3 раствора А содержится 1,0 мг цинка.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см3 отбирают пипеткой 10 см3 раствора А, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

В 1 см3 раствора Б содержится 0,1 мг цинка.

Стандартные растворы кадмия:

Раствор А: навеску кадмия массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см3, приливают 25 см3 азотной кислоты 1:1, полученный раствор выпаривают до 2-3 см3. Выпаривание повторяют дважды с 10 см3 соляной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 10 см3 соляной кислоты, нагревают содержимое колбы до растворения солей, приливают ещё 150 см3 соляной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм3, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

В 1 см3 раствора А содержится 1,0 мг кадмия.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см3 отбирают пипеткой 10 см3 раствора А, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

В 1 см3 раствора Б содержится 0,1 мг кадмия.

Стандартные растворы теллура:

Раствор А: навеску теллура массой 0,2500 г помещают в стакан вместимостью 100 см3, приливают 10 см3 соляной кислоты, 5-10 капель азотной кислоты и нагревают до растворения. Затем охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

В 1 см3 раствора А содержится 1,0 мг теллура.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см3 отбирают пипеткой 1 см3 раствора А, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

В 1 см3 раствора Б содержится 0,1 мг теллура.

6.14.3.2 Построение градуировочных графиков.

В ряд мерных колб вместимостью 100 см3 помещают 1,0; 5,0; 10,0 см3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,001; 0,005; 0,010 мг свинца; 1,0; 2,5; 5,0 см3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,001; 0,0025; 0,0050 мг цинка; 0,2; 0,5; 1,0 см3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,0002; 0,0005; 0,0010 мг кадмия; 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 см3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,0005; 0,0010; 0,0020; 0,0030 мг теллура. Доводят до метки соляной кислотой 1:100, перемешивают. Градуировочные растворы распыляют в пламени ацетилен-воздух.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массовым долям свинца, цинка, кадмия и теллура строят градуировочный график в прямоугольных координатах, откладывая по оси абцисс массу свинца, цинка, кадмия и теллура в миллиграммах, а по оси ординат – оптическую плотность.

Построение градуировочного графика следует повторять для каждой новой партии всех используемых реактивов и не реже одного раза в квартал.

*6.14.4 Выполнение измерений*

6.14.4.1 В зависимости от содержания определяемого элемента, отбирают пипеткой (1-10) см3 промывной кислоты, переносят в стакан вместимостью 100 см3 без химической обработки и доводят раствором соляной кислоты 1:100.

6.14.4.2 Распыляют раствор в пламени ацетилен-воздух и измеряют поглощение линии свинца при длине волны 282,3 нм, линии цинка при длине волны 213,9 нм, линии кадмия при длине волны 228,8 нм, линии теллура при длине волны 214,3 нм.

Условия измерений подбирают в соответствии с используемым прибором.

Массу свинца, цинка, кадмия и теллура в мкг/см3 определяют по градуировочному графику.

*6.14.5 Обработка (вычисление) результатов измерений*

6.14.5.1 Массовую концентрацию свинца, цинка, кадмия и теллура (С2) в г/дм3 вычисляют по Формуле (6.23):

m1 × V × 1000

С2 = -----------------------, (6.23)

а × 1000 × 1000

где m1 – массовая доля элемента, найденная по градуировочному графику мкг/см3;

V – объем мерной колбы при разбавлении пробы промывной кислоты, см3;

1000 – коэффициент пересчета см3 в дм3;

а – аликвотная часть раствора, взятая для анализа, см3;

1000 × 1000 - коэффициент пересчета мкг в г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности Р=0,95 не должно превышать 30 % относительных».

6. Раздел 6.15, пункт 6.15.1 заменить нумерацию формулы (6.23) на (6.24);

раздел 6.15, пункт 6.15.7 заменить нумерацию формулы (6.24) на (6.25) и (6.25) на (6.26).

7. Пункт 6.15.7, четвертый абзац, ссылку «по Формуле (3)» заменить на «по Формуле (6.26)».

8. Раздел «Библиография» изложить в новой редакции:

[1] Правила перевозок грузов железнодорожным транспортом (утверждены приказом Министра индустрии и инфраструктурного развития Республики Казахстан от 2 августа 2019 года № 612).

[2] Правила перевозок грузов автомобильным транспортом (утверждены приказом Министра по инвестициям и развитию Республики Казахстан от 30 апреля 2015 года № 546).

[3] Технический регламент «Требования к маркировке продукции» (утверждены приказом Министра по инвестициям и развитию Республики Казахстан от 15 октября 2016 года № 724).

[4] ГОСТ 19433.1-2010 Грузы опасные. Классификация.

[5] ГОСТ 19433.2-2010 Грузы опасные. Методы испытания.

[6] ГОСТ 19433.3-2010 Грузы опасные. Маркировка.

[7] ГОСТ 32221-2013 Концентраты медные. Методы анализа.

**Лист разработчика**

**УДК МКС**

**Ключевые слова:** Кислота промывная

**Разработчик:**

Технический комитет по стандартизации №85 «Недропользование и металлургия» на базе ОЮЛ «Республиканская ассоциация горнодобывающих и горно-металлургических предприятий»

**Исполнительный директор Н. Радостовец**

**Исполнитель А. Калдарбек**