

ДСТУ Б В.2.7-1-93
ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Будівельні матеріали
Ф О С Ф О Г І П С Р Я Д О В И Й
Технічні умови
Видання офіційне
Міністерство України
У справах будівництва і архітектури
Київ
1994

- 2 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО

Українським науково-дослідним та
проектно-конструкторським інститутом будівельних
матеріалів і виробів (В.І.Сай, к.т.н.; О.Є.Алексенко, к.т.н.;
О.І. Мінняйленко, О.Н.Нульман, В.В.Руденко, Є.Т.Коваль,
О.М.Шляковська);
Інститутом загальної та неорганічної хімії АН України
(О.С.Костенко, к.х.н.; І.В.Рудий, к.х.н.; Л.М.Рудковська)

2 ВНЕСЕНО

Управлінням державних нормативів і стандартів
Мінбудархітектури України

3 ЗАТВЕРДЖЕНО ТА ВВЕДЕНО В ДІЮ

Наказом Мінбудархітектури України від 16.08.93 N 139

4 ВВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Цей стандарт не може бути повністю або частково відтворений,
тиражований і розмножений без дозволу Мінбудархітектури
України

- 3 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

ЗМІСТ

	С.
1 Галузь застосування	4
2 Нормативні посилання	4
3 Технічні вимоги	8
4 Вимоги безпеки та охорони навколишнього природного середовища	9
5 Правила приймання	11
6 Методи випробувань	13
7 Транспортування та зберігання	22
8 Гарантії виробника	22

- 4 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Будівельні матеріали
ФОСФОГІПС РЯДОВИЙ
Технічні умови
Строительные материалы
ФОСФОГИПС РЯДОВОЙ
Технические условия
Building materials
PHOSPHOGYPS ORDINARY
Specifications

Чинний від 1994-01-01

1 ГАЛУЗЬ ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт розповсюджується на фосфогіпс рядовий
(далі - фосфогіпс), який утворюється при виробництві екстрак-
ційної фосфорної кислоти з апатитового концентрату дигідратним
методом. Фосфогіпс застосовується для виробництва кондицій-
ного фосфогіпсу, штучного гіпсового каменя з подальшим їх ви-
користанням як сировини для гіпсового в'язучого альфа- бета-

модифікацій, мінералізатора та регулятора строків тужавіння при виробництві портландцементу.

Вимоги даного стандарту є обов'язковими. Стандарт придатний для цілей сертифікації.

Умовне позначення фосфогіпсу при замовленні: "Фосфогіпс рядовий ДСТУ Б В.2.7.-1-93".

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі стандарти:

Видання офіційне

- 5 -

ДСТУ Б В.2.7-1-93

ГОСТ 8.010-90	ГСИ. Методики выполнения измерений
ГОСТ 12.1.004-91	ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 12.1.007-76	ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
ГОСТ 12.1.16-79	ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерений концентраций вредных веществ
ГОСТ 12.1.018-86	ССБТ. Пожарная безопасность. Электростатическая искробезопасность. Общие требования
ГОСТ 12.3.002-75	ССБТ. Процессы производственные. Общие требования безопасности
ГОСТ 12.3.009-76	ССБТ. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности.
ГОСТ 12.4.010-75	ССБТ. Средства индивидуальной защиты. Рукавицы специальные. Технические условия
ГОСТ 12.4.011-89	ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация
ГОСТ 12.4.024-76	ССБТ. Обувь специальная виброзащитная. Общие технические требования
ГОСТ 12.4.026-76	ССБТ. Цвета сигнальные и знаки безопасности

- 6 -

ДСТУ Б В.2.7-1-93

ГОСТ 12.4.028-76	ССБТ. Респираторы ШБ-1 "Лепесток". Технические условия
ГОСТ 12.4.034-85	ССБТ. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Классификация и маркировка
ГОСТ 12.4.051-87	ССБТ. Средства индивидуальной защиты органов слуха. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 12.4.068-79	ССБТ. Средства индивидуальной защиты дерматологические. Классификация и общие требования
ГОСТ 12.4.099-80	ССБТ. Комбинезоны женские для защиты от нетоксичной пыли, механических воздействий и общих производственных загрязнений. Технические условия
ГОСТ 12.4.100-80	ССБТ. Комбинезоны мужские для защиты от нетоксичной пыли, механических воздействий и общих производственных загрязнений. Технические условия
ГОСТ 12.4.162-85	ССБТ. Обувь специальная из полимерных материалов для защиты от механических воздействий. Общие технические требования и методы испытаний
ГОСТ 17.2.1.01-76	Охрана природы. Атмосфера. Классификация выбросов по составу
ГОСТ 17.2.3.02-78	Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями
- 7 -	
ГОСТ 61-75	Кислота уксусная. Технические условия
ГОСТ 199-78	Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия
ГОСТ 2874-82	Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством
ГОСТ 3118-77	Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760-79	Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3765-78	Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 4198-75	Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия
ГОСТ 4207-65	Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия
ГОСТ 4233-77	Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4328-77	Натрий гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461-77	Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4463-76	Натрий фтористый. Технические условия

ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- 8 - ДСТУ Б В.2.7-1-93	
ГОСТ 9336-75	Аммоний ванадиевокислый мета. Технические условия
ГОСТ 14192-77	Маркировка грузов
ГОСТ 20292-74	Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия
ГОСТ 22280-76	Натрий лимоннокислый трехзамещенный. Технические условия
ГОСТ 24363-80	Калия гидроксид. Технические условия
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 27574-87	Костюмы женские для защиты от общих производственных загрязнений и механических воздействий. Технические условия
ГОСТ 27575-87	Костюмы мужские для защиты от общих производственных загрязнений и механических воздействий. Технические условия

3 ТЕХНІЧНІ ВИМОГИ

3.1 Фосфогіпс є вологий тонкодисперсний порошок світло-сірого кольору, без запаху.

3.2 Фосфогіпс повинен відповідати вимогам даного стандарту. Одержання та попередню обробку фосфогіпсу здійснюють за технологічними регламентами, які затверджені в установленому порядку.

3.3 Фосфогіпс за хімічним складом і радіоактивністю повинен відповідати таким вимогам:

вміст сульфату кальцію, %, не менше	90*
- 9 - ДСТУ Б В.2.7-1-93	
сумарна кількість води, %, не більше	72*
вміст фосфатів (у перерахунку на P ₂ O ₅), %, не більше	1,5
вміст водорозчинних фосфатів (у перерахунку на P ₂ O ₅), %, не більше	1,2
вміст фторидів (у перерахунку на F), %, не більше	0,4
вміст водорозчинних фторидів (у перерахунку на F), %, не більше	0,3
значення А сум., ПРН, Бк/кг, не більше	370*

3.4 Сумарний вміст води у фосфогіпсі, що підлягає транспортуванню та зберіганню взимку, не повинен перевищувати 25%.

3.5 У фосфогіпсі не допускаються домішки, крім тих, які обумовлені складом сировини згідно з технологічним регламентом виробництва екстракційної фосфорної кислоти.

3.6 Транспортне маркування проводиться відповідно до ГОСТ 14192.

4. ВИМОГИ БЕЗПЕКИ ТА ОХОРОНИ

НАВКОЛИШНЬОГО ПРИРОДНОГО
СЕРЕДОВИЩА

4.1 Фосфогіпс та будівельні матеріали на його основі відносяться до малозабезпечених речовин і відповідають четвертому класу небезпечності по ГОСТ 12.1.007. Вони мають незначну шкіродратівливу дію.

Алергенний та сенсibiliзуючий вплив відсутній.

4.2 Виробничі приміщення повинні бути обладнані системами припливно-витяжної вентиляції, аспірації та опалення по СНиП 2.04.05-91, освітлення по СНиП II-4-79, водопровідною системою та каналізацією по СНиП 2.04.01-85, питною водою по ГОСТ 2874, побутовими приміщеннями по СНиП 2.09.04-87. Мікроклімат повинен відповідати санітарним правилам N 4088-86.

4.3 У виробничих приміщеннях повинні дотримуватися вимоги Правил санітарної та пожежної безпеки приміщень відповідно до ОНТП 24-86 та ГОСТ 12.1.004.

*) Значення наведені на повністю дегідратований продукт.

- 10 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

4.4 Технологічне обладнання повинно відповідати вимогам санітарних правил N 1042-73); 3044-84; 3223-85; 4088-86.

4.5 Все технологічне обладнання повинно бути надійно заземлене відповідно до вимог "Правил устроювання електроустановок (ПУЭ)".

4.6 Нанесення на виробничому обладнанні розпізнавального забарвлення, знаків безпеки слід виконувати по ГОСТ 12.04.026.

4.7 Виробничі процеси повинні відповідати вимогам безпеки по ГОСТ 12.3.002.

4.8 Комунікації повинні бути заземлені від статичної електрики по ГОСТ 12.1.018.

4.9 При сушінні, механічному перемішуванні та транспортуванні фосфогіпсу (матеріалів на його основі) можливе виділення у повітряне середовище виробничих приміщень аерозолу, який містить пил фосфогіпсу. Контроль проводиться відповідно до вимог ГОСТ 12.1.016, ГОСТ 8.010, МУ N 3936-85, МУ N 2246-80, МУ N 4436-87.

4.10 Гранично допустимий вміст пилу у повітрі робочої зони відповідно до ГОСТ 12.1.005 не повинен перевищувати 4 мг/м³.

4.11 Вміст хімічних речовин у викидах вентустановок в атмосферне повітря не повинен перевищувати норм ГДВ, встановлених для підприємств відповідно до вимог ГОСТ 17.2.1.01, ГОСТ 17.2.3.02.

При перевищенні ГДВ повинно бути передбачене очищення повітря, що витягується, на газоочисних установках.

Ступінь очищення забрудненого повітря повинен визначатися розрахунками забруднення атмосфери джерелами викидів підприємств на підставі нормативного документу СНД-86 "Методика расчета концентраций в атмосферном воздухе вредных веществ, содержащихся в выбросах предприятий".

4.12 Гранично допустимі максимально разові концентрації викидів для атмосферного повітря населених місць відповідно до санітарних норм і правил по захисту атмосферного повітря населених місць N 4946-89 не повинні перевищувати, мг/м³:

по фтористому водню ГДВ	0,005;
по фтористому ангідриду ГДВ	0,05;
по пилу ГДВ	0,15.

- 11 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

4.13 Фосфогіпс та матеріали на його основі є пожежовибухобезпечними. Категорія вибухонебезпеки виробництва визначається по СНиП 2.09.02-85, ступінь вогнестійкості будинків по СНиП 2.01.02-85.

4.14 Вантажно-розвантажувальні роботи повинні здійснюватися відповідно до вимог СНиП III-4-80 та ГОСТ 12.3.009.

4.15 Прибирання робочих місць здійснюється з використанням засобів механізації мокрим або пневматичним способом.

4.16 До роботи по обладнанню та вантажно-розвантажувальних робіт допускаються особи не молодше як 18 років, які вивчили правила його експлуатації та мають посвідчення про складання іспитів по техніці безпеки.

4.17 Попередні та періодичні медичні огляди працюючого персоналу провадяться відповідно до наказу МОЗ України від 29.09.89 N 555.

4.18 При виконанні робіт робітники повинні бути забезпечені засобами індивідуального захисту відповідно до "Типовых отраслевых норм бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений"; спецодяг по ГОСТ 27574, ГОСТ 27575, ГОСТ 12.4.099, ГОСТ 12.4.100, спецвзуття по ГОСТ 12.4.024, ГОСТ 12.4.162, засоби індивідуального захисту від шуму по ГОСТ 12.4.051, засоби індивідуального захисту органів дихання по ГОСТ 12.4.034, респиратори ШБ-1 "Лепесток" по ГОСТ 12.4.028, засоби індивідуального захисту рук по ГОСТ 12.4.010.

4.19 Загальні вимоги захисту працюючих - по ГОСТ 12.4.011. Для пом'якшення та захисту шкіри рук слід використовувати мазі, очищувальні змащування по ГОСТ 12.4.068.

4.20 Технологічні стічні води скидаються у каналізацію відповідно до вимог санітарних норм N 4630-88.

4.21 Тверді технологічні відходи повертаються у технологічний цикл для подальшої переробки або вивозяться у відвал відповідно до норм, які передбачають утилізацію відходів виробництва екстракційної фосфорної кислоти.

5 ПРАВИЛА ПРИЙМАННЯ

5.1 Приймання фосфогіпсу здійснюють партіями. Кожна партія повинна бути оформлена документом про якість, у якому вказується:

- 12 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

найменування та адреса підприємства-виготовлювача;
номер і дата видачі документа;
найменування і адреса одержувача;
найменування продукції, її кількість;
номер партії і дата відправлення;
результати випробувань;
позначення даного стандарту.

5.2 Розмір партії встановлюють в залежності від річної потужності підприємства у такій кількості:

500 т - при річній потужності понад 150 тис.т;
200 т - при річній потужності від 50 до 150 тис.т;
65 т - при річній потужності до 50 тис.т.

При поставці фосфогіпсу в суднах розмір партії встановлюється за погодженням виготовлювача та споживача.

5.3 Приймання фосфогіпсу технічним контролем підприємства-виготовлювача здійснюють на підставі даних виробничого контролю, приймально-здавальних та типових випробувань.

5.4 Від кожної партії фосфогіпсу, який підлягає випробуванню, відбирають проби масою від 10 до 15 кг. На підприємстві-виготовлювачі для контролю окремі проби слід відбирати переважно з потоку матеріалу перед його відвантаженням. Пробу відбирають рівними частинами з чотирьох місць.

5.5 Відібрану пробу ретельно перемішують, потім квартируванням з неї відбирають для приймально-здавальних випробувань рівні частини та зберігають у закритих посудинах. Одну з кінцевих проб використовують для випробувань, другу зберігають як арбітражну при температурі $(293 \pm 3)K$ ($20 \pm 3)C$) з позначенням

номера партії та дати відвантаження.

5.6 При приймально-здавальних випробуваннях визначають:

- масову частку загальної води;
- масову частку водорозчинних фосфатів;
- масову частку водорозчинних фторидів.

5.7 При одержанні незадовільних результатів приймально-здавальних випробувань по будь-якому показнику, що вказані у

- 13 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

п.5.6, проводять повторні випробування фосфогіпсу по цьому показнику на подвійній пробі, що взята з тієї ж партії.

При незадовільних результатах повторних випробувань партія прийманню не підлягає.

5.8 Результати випробувань заносять в журнал приймально-здавальних випробувань. Журнал повинен бути пронумерований, прошнурований, опечатаний сургучем або печаткою.

Журнал приймально-здавальних випробувань є офіційним документом, який засвідчує якість продукції.

5.9 Типові випробування на відповідність всім вимогам даного стандарту виконують поквартально (кожну першу декаду кварталу), а також при переході виробництва екстракційної кислоти на нові види сировини або при зміні технологічного регламенту.

Результати типових випробувань повинні бути оформлені актом.

5.10 При одержанні незадовільних результатів типових випробувань якості фосфогіпсу хоча б по одному з показників даного стандарту проводять повторне визначення цього показника на подвійній пробі від тієї ж партії.

При незадовільних результатах повторного випробування фосфогіпсу партія прийманню не підлягає.

5.11 Споживач має право здійснювати контрольну перевірку відповідності властивостей фосфогіпсу вимогам даного стандарту методами випробувань, які передбачені ним.

6. МЕТОДИ ВИПРОБУВАНЬ

6.1 Визначення масової частки сульфатів кальцію

6.1.1 Суть методу полягає у комплексометричному визначенні кальцію при прямому титруванні розчином трилону Б в присутності індикатора флуорексону рН=13.

Метод може бути застосований при кількості кальцію від 3 до 100%.

6.1.2 Апаратура, реактиви та розчини, що застосовуються: електроплитка;

ваги лабораторні аналітичні, тип ВЛР-200, клас 2 або інші аналогічні з похибкою важення до

четвертого десяткового знака;

колба мірна 2-250-2, ГОСТ 1770;

піпетка 1-2-5, 2-2-15, ГОСТ 20292;

- 14 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

склянка хімічна ВН-250, ГОСТ 25336;

циліндр мірний 1-50, ГОСТ 1770;

колба конічна КН-250-50, ГОСТ 25336;

чашка фарфорова, ГОСТ 9147;

ступка фарфорова з товкачиком;

фільтр "біла стрічка";

універсальний індикаторний папір;

кислота соляна по ГОСТ 3118, ч.д.а., розведена по об'єму 1:1;

кислота азотна по ГОСТ 4461, ч.д.а., густина не менше 1,4 г/см³;

аміак водний по ГОСТ 3760;

калій гідроокис по ГОСТ 24363, ч.д.а., розчин з концентрацією 2 моль/дм³;

стандартний розчин трилону Б (0,05 М) по ТУ 6-09-

2540-72, який приготовлений з фіксаналу;
натрій хлористий по ГОСТ 4233, ч.д.а.;
флуорексон (індикатор), котрий готують, розтираючи його у ступці з хлористим натрієм або калієм у співвідношенні 1:100.

6.1.3 Проведення аналізу здійснюється таким чином: 1,5 г фосфогіпсу, зваженого з похибкою до четвертого знака, розмішують в склянці місткістю 250 см³, доливають 50 см³ розведеного розчину соляної кислоти 1:1, склянку накривають фарфоровою чашкою та кип'ятять протягом 30 хвилин. Потім розчин з нерозчиненим залишком переносять в мірну колбу місткістю 250 см³. Розчин охолоджують, доводять водою об'єм до мітки, перемішують та фільтрують у конічну колбу, відкидаючи перші порції фільтрату через фільтр "біла стрічка" (розчин 1).

У конічну колбу місткістю 250 см³ відбирають 15 см³ фільтрату, додають 50 см³ води, 10-15 см³ гідроокису калію. Значення рН середовища (рН=13) перевіряють по універсальному індикаторному папіру. На кінчику шпателя вносять флуорексон та титрують стандартним розчином трилону В (0,05 М), застосовуючи чорний фон, до зниження жовто-зеленої флуоресценсії. Одночасно проводять контрольне випробування в тих же умовах та з тією ж кількістю реактивів, але без розчину, який аналізується.

6.1.4 Обробка результатів. Масову частку CaSO₄ (X1) у фосфогіпсі в % обчислюють за формулою:

$$X1 = \frac{(Y - Y1) \times 0,0068 \times 250 (100 + X2)}{M \times 15}, \quad \text{ДСТУ В В.2.7-1-93}$$

де Y - об'єм розчину 0,05 М трилону В, витрачений на титрування проби, яка аналізується, см³;
Y1 - об'єм розчину 0,05 М трилону В, витрачений на титрування контрольної проби, см³;
0,0068 маса CaSO₄, яка відповідає саме 1 см³ 0,05 М розчину трилону В, г;
X2 - кількість води, яка визначається по п.6.2;
250 - об'єм мірної колби, см³;
M - маса наважки, г;
15 - аліквота, що аналізується, см³.

За результат аналізу приймають середньоарифметичне двох паралельних визначень, допустиме розходження між якими не повинно перевищувати 0,5 %.

6.2 Визначення масової частки води у фосфогіпсі.

6.2.1 Суть методу полягає у видаленні води при нагріванні.

6.2.2 Апаратура, реактиви та розчини, що застосовуються:

ваги лабораторні аналітичні, тип ВЛР-200, клас 2 або аналогічні, з похибкою важення до четвертого десяткового знака;

електропіч СНОЛ-1625/1-М1У42 або інший тип, що забезпечує при необхідності в інтервалі температур від 673 до 723 К (від 400 до 450о С) похибку регулювання температури + 10 К (+ 10о С);

тигель порцеляновий N 40-50;

ексикатор;

водопоглинаючі речовини для ексикатора (плавлений CaCl₂ або силікагель активний).

6.2.3 Проведення аналізу здійснюється таким чином. З усередненої проби фосфогіпсу відбирають біля 5 г сирого фосфогіпсу та зважують з похибкою до четвертого десяткового знака у фосфоровому тиглі, попередньо пропеченому до постійної маси при температурі 673 К (400о С), та пропікають протягом 30

хвилин. Після охолодження в ексикаторі до $(293 \pm 5) \text{K}$ (20 ± 5) $^{\circ} \text{C}$) тигель зважують з похибкою до четвертого десяткового знака.

6.2.4 При обробці результатів масову частку загальної води у сирому фосфогіпсі (X2) у % обчислюють за формулою:

$$X2 = \frac{M - M1}{M1} \times 100,$$

де M - маса проби до пропікання, г;

M1 - маса проби після пропікання, г.

За результат аналізу приймають середньоарифметичне двох паралельних визначень, допустиме розходження між якими не повинно перевищувати 0,6% при масовій частці води більше 6%, та 0,4% - при масовій частці води менше 6%.

6.3 Визначення масової частки загальних фосфатів.

6.3.1 Метод фотоколориметричний заснований на утворенні забарвленого у жовтий колір фосфорнованадієвомолібденового комплексу в аліквоті розкладання наважки проби, що аналізується.

6.3.2 Апаратура, прилади, реактиви, розчини:

ваги лабораторні аналітичні, тип ВЛР-200, клас 2 або аналогічні з похибкою важення до четвертого десяткового знака;

фотоколориметр типу КФК та ФОК-56 м, електрофотометр СФ-26 або аналогічний прилад з кюветами шару розчину завтовшки 10 мм, який поглинає світло;

колби, циліндри, мензурки по ГОСТ 1770;

піпетки, мікробюретки по ГОСТ 20292;

вода дистильована по ГОСТ 6709;

кислота азотна по ГОСТ 4461, щільністю 1,4 г/см³, розведена 1:2;

кислота сірчана по ГОСТ 4207;

калій фосфорнокислий однозаміщений по ГОСТ 4198, ч.д.а., розчин, який містить 1 мг P₂O₅ в 1 см³;

амоній ванадієвокислий мета по ГОСТ 9336, ч.д.а., розчин 0,25%;

амоній молібденовокислий по ГОСТ 3765, ч.д.а.,
- 17 - ДСТУ В В.2.7-1-93

розчин 5%;

реактив на фосфати.

6.3.3 При підготовці до проведення випробувань готують необхідні розчини.

6.3.3.1 Приготування розчину з масовою часткою амонію ванадієвокислого мета 0,25%.

2,5 г ванадієвокислого амонію зважують з похибкою до 0,1 розчиняють у 500 см³ дистильованої води, нагрітої до 323 (50 $^{\circ}$ С) та доливають циліндром 20 см³ концентрованої азотної кислоти. Розчин охолоджують, переносять в мірну колбу місткістю 1 дм³, доводять водою до мітки, перемішують і фільтрують.

6.3.3.2 Приготування розчину з масовою часткою молібденовокислого амонію 5%:

50 г молібденовокислого амонію зважують з похибкою до 0,1г, переносять у склянку місткістю від 800 до 1000см³, розчиняють у 500 см³ дистильованої води, нагрітої до 323 К (50 $^{\circ}$ С). Розчин охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доводять водою до мітки, перемішують, фільтрують.

6.3.3.3 Приготування розчину азотної кислоти:

розчин азотної кислоти 1:2 готують розведенням одного об'єму концентрованої кислоти двома об'ємами води.

6.3.3.4 Для приготування реактиву на фосфати

змішують рівні об'єми розчинів азотної кислоти, мета ванадієвокислого амонію та молібденовокислого амонію в указаній послідовності. Якщо розчин каламутний, його фільтру-

ють. Розчин сберігають у сулії з темного скла або поліетілену.

6.3.3.5 Приготування розчину калію фосфорнокислого однозаміщеного, який містить 1 мг P2O5 в 1 см3 (стандартний розчин):

4-5 однозаміщеного фосфорнокислого калію поміщують в бюкс діаметром від 32 до 58 мм і висотою (30 + 2)мм та висушують при температурі (381 +- 4) оС) протягом 2 годин, потім охолоджують в ексікаторі від 40 до 60 хвили 1,9175 г підготовленого реактиву зважують з похибкою до четвертого десяткового знака, переносять в мірну колбу місткістю 1 дм3, розчиняють у 500-800 см3 води з добавкою 5 см3 азотної кислоти щільністю 1,4 г/см3, доливають водою з температурою 293 К (20 оС) до мітки та ретельно перемішують.

6.3.3.6 Для побудови градувального графіка готують серію стандартних розчинів.

- 18 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

В мірні колби місткістю 100 см3 мікробюреткою вносять по черзі 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см3 стандартного розчину калію фосфорнокислого однозаміщеного, що відповідає 0; 0,5; 1,0, 2,0; 3,0; 4,0 мг P2O5.

Об'єм розчину в кожній колбі доводять водою до 25 см3, доливають циліндром 25 см3 реактиву на фосфати, доливають водою до мітки та ретельно перемішують.

Через 15 хвилин вимірюють оптичну щільність забарвлення розчинів відносно нульового розчину. Вимірювання проводять при довжині хвилі 450 нм в кюветах шару розчину завтовшки 10 мм, який поглинає світло.

За даними значень оптичних щільностей будують графік, відкладаючи на осі абсцис кількість P2O5 в мг у стандартних розчинах, а на осі ординат - відповідні до них значення оптичних густин.

6.3.4 Проведення випробувань здійснюється таким чином: в мірну колбу місткістю 100 см3 переносять піпеткою 25 см3 розчину 1, який приготовлений по п.6.1.3, добавляють 25 см3 реактиву на фосфати, перемішують, доливають до мітки водою, перемішують і через 15 хвилин фотометрують в умовах, аналогічних побудові градувального графіка.

6.3.5 При обробці результатів масову частку фосфатів (X3) в % обчислюють за формулою:

$$X3 = \frac{a \times 250 \times (100 + X2)}{1000 \times 25 \times M},$$

де а - кількість P2O5, що знайдена по градувальному графіку, мг;
М - маса проби, що аналізується, г;
X2 - масова частка води, %, яка визначається по п.6.2;
25 - аліквота кислотного розкладення, що аналізується, см3;
250 - об'єм мірної колби, см3;
1000 - коефіцієнт переведення концентрації моль/см3 в моль/дм3.

- 19 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

6.4 Визначення масової частки водорозчинних фосфатів.

6.4.1 Суть методу аналогічна визначенню масової частки загальних фосфатів по 6.3. Аналізується аліквота фільтрату водного екстрагування наважки проби, що аналізується.

6.4.2 При проведенні випробувань наважку фосфогіпсу 10 г, зважену с похибкою до четвертого знака, переносять в мірну колбу місткістю 500 см3.

Об'єм розчину доливають дистильованою водою до 400 см3, закривають пробкою та збовтують протягом 30 хвилин на механічному струшувачі типу АВУ-1 з частотою струшування 140-150 коливань за хвилину або на іншому аналогічному

приладі.

Потім об'єм розчину в колбі доводять до мітки водою, ретельно перемішують і фільтрують через сухий фільтр "синя стрічка", відкидаючи перші порції фільтрату (розчин 2).

20-25 см³ одержаного фільтрату піпеткою переносять в мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до 30 см³, циліндром доливають 25 см³ реактиву на фосфати, який приготований по п.6.3.3.4, перемішують вміст колби круговим посуванням, доводять до мітки водою, перемішують та через 15 хвилин фотометрують в умовах побудови градувального графіка по п.6.3.3.6.

6.4.3 При обробці результатів масову частку водорозчинних фосфатів (X₄) в % обчислюють за формулою:

$$X_4 = \frac{a_1 \times 500 \times (100 + X_2)}{1000 \times Y \times M_1},$$

де a₁ - кількість P₂O₅, що знайдена по градувальному графіку, мг;
Y - аліквота розчину 2, що аналізується, см³;
M₁ - маса проби, що аналізується, г;
X₂ - масова частка води, %, яка визначається по п.6.2;
500 - об'єм мірної колби, см³;
1000 - коефіцієнт переведення концентрації моль/см³ в моль/дм³.

6.5. Визначення масової частки водорозчинних сполук фтору у перерахунку на фтор.

- 20 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

6.5.1 Суть методу полягає у прямому потенціометричному вимірюванні концентрації іонів фтору за допомогою фторселективного електрода.

6.5.2 Апаратура, реактиви, розчини, що застосовуються: іонометр універсальний типу ЕВ-74 або аналогічний фторселективному електроду типу F-007 або аналогічному;
ідкий натр по ГОСТ 4328, ч.д.а.;
натрій хлористий по ГОСТ 4233, ч.д.а.;
оцетна кислота крижана по ГОСТ 61,
натрій лимонікислий по ГОСТ 22280, ч.д.а.;
фенолфталеїн, спиртовий розчин 1 %;
буферний розчин рН=6;
натрій фтористий по ГОСТ 4463, ч.д.а.;
дистильована вода по ГОСТ 6709;
натрій оцетнокислий по ГОСТ 199, ч.д.а.

Для приготування буферного розчину рН=6 розчиняють у воді 58,5 г NaCl, 15 г крижаної оцетної кислоти, 102 г оцетнокислого натрію, 15 г лимонікислого натрію, доводять об'єм до 1 л, вимірюють рН розчину і в разі необхідності добавляють оцетну кислоту або луг, доводячи рН до 6.

6.5.3 Стандартний розчин з концентрацією 0,1 М фтористого натрію готують таким чином: 2,100 г фтористого натрію розчиняють у 200 см³ дистильованої води в мірній колбі на 500 см³, добавляють 250 см³ буферного розчину, доводять до мітки та ретельно перемішують. Розчин з концентрацією 0,01 М одержують розведенням у 10 разів першого розчину. Для цього 50 см³ першого розчину переносять в мірну колбу на 500 см³, добавляють 225 см³ буферного розчину, доводять до мітки дистильованою водою і ретельно перемішують. Таким же чином готують розчини концентрацією 0,001 М та 0,0001 М.

6.5.4 Для побудови градувального графіка у 5 склянок місткістю 50 см³ наливають по 20-30 см³ приготуваних стандартних розчинів. Склянку ставлять на магнітну мішалку, занурюють в розчин електроди і через 1-2 хвилини вимірюють ЕДС (мВ). За даними значеннями ЕДС будують графік, відкладаючи по осі

абсцис від'ємний логарифм молярної концентрації фтору, а по осі ординат - ЕДС в мілівольтах.

Калібровочний графік слід перевіряти в день проведення аналізу.

- 21 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

6.5.5 20 см³ розчину 2, приготовленого по п.6.4.2, піпеткою переносять в мірну колбу на 50 см³, нейтралізують розчином 3М ідкого натру по фенолфталеїну до малинового забарвлення, доливають циліндром 25 см³ буферного розчину, доводять до мітки дистильованою водою та перемішують.

Виконують вимірювання ЕДС розчину, як при побудові градувального графіка. По графіку знаходять концентрацію іонів фтору в моль/дм³.

6.5.6 При обробці результатів масову частку (X₅) водорозчинних сполук фтору (у перерахунку на фтор) в % обчислюють за формулою:

$$X_5 = \frac{C \times 19 \times 500 \times 50 \times (100 + X_2)}{M \times 20 \times 1000},$$

де С - молярна концентрація фтору в пробі, що знайдена по графіку, моль/дм³;
19 - молярна маса еквіваленту фтору, г;
500 - об'єм мірної колби, см³;
М - маса проби, г;
50 - об'єм мірної колби, см³;
1000 - коефіцієнт переведення концентрації моль/см³ в моль/дм³.
20 - аліквота, що аналізується, см³;
X₂ - масова доля води, що визначається по п.6.2.

За результат беруть середньоарифметичне з двох паралельних вимірювань. Розходження між ними не повинно перевищувати 0,03%.

6.6 Визначення масової частки сполук фтору у перерахунку на фтор

6.6.1 Визначення масової частки сполук фтору виконується по п.6.5, використовуючи розчин, який приготовлений по п.6.1.3, підставляючи в формулу для обчислення значення об'єму мірної колби 250 см³ замість 500 см³.

6.7 Визначення сумарної питомої активності природних радіонуклідів А сум. ПРН.

6.7.1 Визначення сумарної питомої активності природних радіонуклідів А сум. ПРН визначають відповідно до РСН 356-91 "Положення про радіаційний контроль на об'єктах будівництва та підприємствах будіндустрії і будматеріалів України".

- 22 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

7 ТРАНСПОРТУВАННЯ ТА ЗБЕРІГАННЯ

7.1 Транспортування фосфогіпсу здійснюється всіма видами транспорту.

7.2 Навантаження фосфогіпсу у транспортні засоби, що забруднені залишками вантажів, що раніше перевозились, як з внутрішньої сторони, так і зовнішньої сторони, забороняється.

7.3 Фосфогіпс повинен зберігатися в умовах, які виключають забруднення сторонніми домішками.

8. ГАРАНТІЇ ВИРОБНИКА

8.1 Підприємство-виробник повинно гарантувати відповідність властивостей фосфогіпсу вимогам даного стандарту при дотриманні умов транспортування і зберігання.

8.2 Гарантійний термін зберігання фосфогіпсу - два місяці з дня відвантаження споживачеві.

При більш тривалому зберіганні фосфогіпс повинен бути перевірений на відповідність показників вимогам цього стандарту.

- 23 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

УДК 691.5

Ключові слова: фосфогіпс, сировина для гіпсового в'язучого,

гіпсове в'яжуче, хімічний склад фосфогіпсу.

ДСТУ Б В.2.7-1-93

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

Строительные материалы
Ф О С Ф О Г И П С Р Я Д О В О Й
Технические условия
Издание официальное
Министерство Украины
по делам строительства и архитектуры
Киев
1994

- 2 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАН

Украинским научно-исследовательским и проектно-конструкторским институтом строительных материалов и изделий (В.И.Сай, к.т.н.; А.Е.Алексенко, к.т.н.; А.И. Миняйленко, О.Н.Нульман, В.В.Руденко, Е.Т.Коваль, О.Н.Шляковская);
Институтом общей и неорганической химии АН Украины (А.С.Костенко, к.х.н.; И.В.Рудый, к.х.н.; Л.М.Рудковская)

2 ВНЕСЕН

Управлением государственных нормативов и стандартов Минстройархитектуры Украины

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ

Приказом Минстройархитектуры Украины от 16.08.93 N 139

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Минстройархитектуры Украины

- 3 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

СОДЕРЖАНИЕ

	С.
1 Область применения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Технические требования	8
4 Требования безопасности и охраны окружающей природной среды	9
5 Правила приемки	11
6 Методы испытаний	13
7 Транспортирование и хранение	22
8 Гарантии изготовителя	22

- 4 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ УКРАИНЫ

Будівельні матеріали
ФОСФОГІПС РЯДОВИЙ
Технічні умови
Строительные материалы
ФОСФОГИПС РЯДОВОЙ
Технические условия
Building materials
PHOSPHOGYPS ORDINARY
Specifications

Дата введения 1994-01-01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на фосфогипс рядовой (далее - фосфогипс), образующийся при производстве экстракционной фосфорной кислоты из апатитового концентрата дигидратным методом. Фосфогипс применяется для производства кондиционного фосфогипса, искусственного гипсового камня с

последующим их использованием в качестве сырья для гипсового вяжущего альфа- и бета- модификаций, минерализатора и регулятора сроков схватывания при производстве портландцемента.

Требования настоящего стандарта являются обязательными. Стандарт пригоден для целей сертификации.

Условное обозначение фосфогипса при заказе: "Фосфогипс рядовой ДСТУ Б В.2.7.-1-93".

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте приведены ссылки на следующие

Издание официальное

- 5 -

ДСТУ Б В.2.7-1-93

стандарты:

ГОСТ 8.010-90		ГОСИ. Методики выполнения измерений
ГОСТ 12.1.004-91		ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования
ГОСТ 12.1.005-88		ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 12.1.007-76		ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
ГОСТ 12.1.16-79		ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерений концентраций вредных веществ
ГОСТ 12.1.018-86		ССБТ. Пожарная безопасность. Электростатическая искробезопасность. Общие требования
ГОСТ 12.3.002-75		ССБТ. Процессы производственные. Общие требования безопасности
ГОСТ 12.3.009-76		ССБТ. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности.
ГОСТ 12.4.010-75		ССБТ. Средства индивидуальной защиты. Рукавицы специальные. Технические условия
ГОСТ 12.4.011-89		ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация
ГОСТ 12.4.024-76		ССБТ. Обувь специальная виброзащитная. Общие технические требования
ГОСТ 12.4.026-76		ССБТ. Цвета сигнальные и знаки безопасности
ГОСТ 12.4.028-76		ССБТ. Респираторы ШБ-1 "Лепесток". Технические условия
ГОСТ 12.4.034-85		ССБТ. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Классификация и маркировка
ГОСТ 12.4.051-87		ССБТ. Средства индивидуальной защиты органов слуха. Общие технические требования и методы испытаний
ГОСТ 12.4.051-87		ССБТ. Средства индивидуальной защиты

| органов слуха. Общие технические
| требования и методы испытаний

ГОСТ 12.4.068-79 | ССБТ. Средства индивидуальной защиты
| дерматологические. Классификация и
| общие требования

ГОСТ 12.4.099-80 | ССБТ. Комбинезоны женские для
| защиты от нетоксичной пыли,
| механических воздействий и общих
| производственных загрязнений.
| Технические условия

ГОСТ 12.4.100-80 | ССБТ. Комбинезоны мужские для
| защиты от нетоксичной пыли,
| механических воздействий и общих
| производственных загрязнений.
| Технические условия

ГОСТ 12.4.162-85 | ССБТ. Обувь специальная из
| полимерных материалов для защиты от
| механических воздействий. Общие
| технические требования и методы
| испытаний

ГОСТ 17.2.1.01-76 | Охрана природы. Атмосфера.
| Классификация выбросов по составу

- 7 - ДСТУ В В.2.7-1-93

ГОСТ 17.2.3.02-78 | Охрана природы. Атмосфера. Правила
| установления допустимых выбросов
| вредных веществ промышленными
| предприятиями

ГОСТ 61-75 | Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199-78 | Натрий уксуснокислый 3-водный.
| Технические условия

ГОСТ 1770-74 | Посуда мерная лабораторная стеклянная.
| Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки.
| Технические условия

ГОСТ 2874-82 | Вода питьевая. Гигиенические требования
| и контроль за качеством

ГОСТ 3118-77 | Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760-79 | Амиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765-78 | Аммоний молибденовокислый.
| Технические условия

ГОСТ 4198-75 | Калий фосфорнокислый
| однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4207-65 | Калий железистосинеродистый 3-водный.
| Технические условия

ГОСТ 4233-77 | Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 | Натрий гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461-77 | Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4463-76	Натрий фтористый. Технические условия
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия
- 8 - ДСТУ Б В.2.7-1-93	
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9336-75	Аммоний ванадиевокислый мета. Технические условия
ГОСТ 14192-77	Маркировка грузов
ГОСТ 20292-74	Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия
ГОСТ 22280-76	Натрий лимоннокислый трехзамещенный. Технические условия
ГОСТ 24363-80	Калия гидроксид. Технические условия
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 27574-87	Костюмы женские для защиты от общих производственных загрязнений и механических воздействий. Технические условия

3 ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

3.1 Фосфогипс представляет собой влажный тонкодисперсный порошок светло-серого цвета, без запаха.

3.2 Фосфогипс должен соответствовать требованиям настоящего стандарта. Получение и предварительную обработку фосфогипса осуществляют по технологическим регламентам, утвержденным в установленном порядке.

3.3 Фосфогипс по химическому составу и радиоактивности должен соответствовать следующим требованиям:

содержание сульфата кальция, %, не менее	90*
суммарное содержание воды, %, не более	72*
содержание фосфатов (в пересчете на P ₂ O ₅), %, не более	1,5

- 9 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

содержание водорастворимых фосфатов (в пересчете на P ₂ O ₅), %, не более	1,2
содержание фторидов (в пересчете на F), %, не более	0,4
содержание водорастворимых фторидов (в пересчете на F), %, не более	0,3
значение А сум., ЕРН, Бк/кг, не более	370*

3.4 Суммарное содержание воды в фосфогипсе, подлежащем транспортированию и хранению в зимнее время, не должно превышать 25%.

3.5 В фосфогипсе не допускаются примеси, кроме тех, которые обусловлены составом сырья согласно технологическому регламенту производства экстракционной фосфорной кислоты.

3.6 Транспортная маркировка производится в соответствии с ГОСТ 14192.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

4.1 Фосфогипс и строительные материалы на его основе

относятся к малоопасным веществам и соответствуют четвертому классу опасности по ГОСТ 12.1.007. Они обладают слабо выраженным кожно-раздражающим действием. Алергенное и сенсибилизирующее действие отсутствует.

4.2 Производственные помещения должны быть оборудованы системами приточно-вытяжной вентиляции, аспирации и отопления по СНиП 2.04.05-91, освещения по СНиП II-4-79, водопроводной системой и канализацией по СНиП 2.04.01-85, питьевой водой по ГОСТ 2874, бытовыми помещениями по СНиП 2.09.04-87. Микроклимат должен соответствовать санитарным правилам N 4088-86.

4.3 В производственных помещениях должны соблюдаться требования Правил санитарной и пожарной безопасности помещений в соответствии с ОНТП 24-86 та ГОСТ 12.1.004.

4.4 Технологическое оборудование должно соответствовать требованиям Санитарных правил N 1042-73); 3044-84; 3223-85; 4088-86.

*Значения приведены в расчете на полностью дегидратированный продукт
- 10 - ДСТУ В В.2.7-1-93

4.5 Все технологическое оборудование должно быть надежно заземлено в соответствии с требованиями "Правил устройства электроустановок (ПУЭ)".

4.6 Нанесение на производственном оборудовании опознавательной окраски, знаков безопасности следует производить по ГОСТ 12.04.026.

4.7 Производственные процессы должны соответствовать требованиям безопасности по ГОСТ 12.3.002.

4.8 Коммуникации должны быть заземлены от статического электричества по ГОСТ 12.1.018.

4.9 При сушке, механическом перемешивании и транспортировании фосфогипса (материалов на его основе) возможно выделение в воздушную среду производственных помещений аэрозоля, содержащего пыль фосфогипса. Контроль проводится в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.016, ГОСТ 8.010, МУ МУ N 2246-80, МУ N 4436-87.

4.10 Предельно допустимое содержание пыли в воздухе рабочей зоны в соответствии с ГОСТ 12.1.005 не должно превышать 4 мг/м³.

4.11 Содержание химических веществ в выбросах вентустановок в атмосферный воздух не должно превышать норм ПДВ, установленных для предприятий в соответствии с ГОСТ 17.2.1.01, ГОСТ 17.2.3.02.

При превышении ПДВ должна быть предусмотрена очистка удаляемого воздуха на газоочистных установках.

Степень очистки загрязненного воздуха должна определяться расчетами загрязнения атмосферы источниками выбросов предприятий на основании нормативного документа СНД-86 "Методика расчета концентраций в атмосферном воздухе вредных веществ, содержащихся в выбросах предприятий".

4.12 Предельно допустимые максимально разовые концентрации выбросов для атмосферного воздуха населенных мест в соответствии с санитарными нормами и правилами по охране атмосферного воздуха населенных мест N 4946-89 не должны превышать, мг/м³:

по фтористому водороду ПДВ	0,005;
по фтористому ангидриду ПДВ	0,05;
по пыли ПДВ	0,15.

4.13 Фосфогипс и материалы на его основе являются пожаровзрывоопасными. Категория взрывоопасности производства определяется по СНиП 2.09.02-85, степень огнестойкости зданий по СНиП 2.01.02-85.

4.14 Погрузочно-разгрузочные работы должны осу-

шествляться в соответствии с требованиями СНиП III-4-80 и ГОСТ 12.3.009.

4.15 Уборка рабочих мест производится с использованием средств механизации мокрым или пневматическим способом.

4.16 К работе на оборудовании и погрузочно-разгрузочным работам допускаются лица не моложе 18 лет, обученные правилам его эксплуатации и имеющие удостоверение о сдаче экзаменов по технике безопасности.

4.17 Предварительные и периодические медицинские осмотры работающего персонала проводятся в соответствии с приказом Минздрава Украины от 29.09.89 N 555.

4.18 При производстве работ рабочие должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты в соответствии с "Типовыми отраслевыми нормами бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений"; спецодежда по ГОСТ 27574, ГОСТ 27575, ГОСТ 12.4.099, ГОСТ 12.4.100, спецобувь по ГОСТ 12.4.024, ГОСТ 12.4.162, средства индивидуальной защиты от шума по ГОСТ 12.4.051, средства индивидуальной защиты органов дыхания по ГОСТ 12.4.034, респираторы ШБ-1 "Лепесток" по ГОСТ 12.4.028, средства индивидуальной защиты рук по ГОСТ 12.4.010.

4.19 Общие требования защиты работающих - по ГОСТ 12.4.011. Для смягчения и защиты кожи рук следует использовать мази, очищающие смазки по ГОСТ 12.4.068.

4.20 Технологические сточные воды сбрасываются в канализацию в соответствии с требованиями санитарных норм N 4630-88.

4.21 Твердые технологические отходы возвращаются в технологический цикл для последующей переработки или вывозятся в отвал в соответствии с нормами, предусматривающими утилизацию отходов производства экстракционной фосфорной кислоты.

5 ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

5.1 Приемку фосфогипса производят партиями. Каждая партия должна быть оформлена документом о качестве, в котором указывается:

- 12 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

наименование и адрес предприятия-изготовителя;
номер и дата выдачи документа;
наименование и адрес получателя;
наименование продукции, ее количество;
номер партии и дата отгрузки;
результаты испытаний;
обозначение настоящего стандарта.

5.2 Размер партии устанавливают в зависимости от годовой мощности предприятия в следующем количестве:

500 т - при годовой мощности свыше 150 тыс.т;
200 т - при годовой мощности от 50 до 150 тыс.т;
65 т - при годовой мощности до 50 тыс.т.

При поставке фосфогипса в судах размер партии устанавливают по согласованию изготовителя и потребителя.

5.3 Приемку фосфогипса техническим контролем предприятия-изготовителя производят на основании данных производственного контроля, приемо-сдаточных и типовых испытаний.

5.4 От каждой партии фосфогипса, подлежащего испытанию, отбирают пробы массой от 10 до 15 кг. На предприятии-изготовителе для контроля отдельные пробы следует отбирать преимущественно из потока материала перед его отгрузкой. Пробу отбирают равными частями из четырех мест.

5.5 Отобранную пробу тщательно перемешивают, затем квартованием из нее отбирают для приемо-сдаточных испытаний конечную пробу массой 100-150 г, которую разделяют на две равные части и хранят в закрытых сосудах. Одну из конечных проб используют для испытаний, вторую хранят как арбитражную

при температуре $(293 \pm 3) \text{K}$ (20 ± 3) °C) с указанием номера партии и даты отпуска.

5.6 При приемо-сдаточных испытаниях определяют:

- массовую долю общей воды;
- массовую долю водорастворимых фосфатов;
- массовую долю водорастворимых фторидов.

5.7 При получении неудовлетворительных результатов приемо-сдаточных испытаний по какому-либо показателю из указанных в п.5.6, проводят повторные испытания фосфогипса по этому показателю на удвоенной пробе, взятой из той же партии.

- 13 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

При неудовлетворительных результатах повторных испытаний партия приемке не подлежит.

5.8 Результаты испытаний заносят в журнал приемо-сдаточных испытаний. Журнал должен быть пронумерован, прошнурован и опечатан сургучом или печатью.

Журнал приемо-сдаточных испытаний является официальным документом, удостоверяющим качество продукции.

5.9 Типовые испытания на соответствие всем требованиям настоящего стандарта производят ежеквартально (каждую первую декаду квартала), а также при переходе производства экстракционной фосфорной кислоты на новые виды сырья или при изменении технологического регламента.

Результаты типовых испытаний должны быть оформлены актом.

5.10 При получении неудовлетворительных результатов типовых испытаний качества фосфогипса хотя бы по одному из показателей настоящего стандарта проводят повторное определение этого показателя на удвоенной пробе, взятой от той же партии.

При неудовлетворительных результатах повторного испытания фосфогипса партия приемке не подлежит.

5.11 Потребитель имеет право производить контрольную проверку соответствия свойств фосфогипса требованиям настоящего стандарта методами испытаний, предусмотренными ими.

6. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

6.1 Определение массовой доли сульфатов кальция

6.1.1 Сущность метода заключается в комплексометрическом определении кальция при прямом титровании раствором трилона Б в присутствии индикатора флуорексона при $\text{pH}=13$.

Метод применим при содержании кальция от 3 до 100%.

6.1.2 Применяемые аппаратура, реактивы и растворы:

электроплитка;

весы лабораторные аналитические, тип ВЛР-200, класс 2 или другие аналогичные с погрешностью взвешивания до четвертого десятичного знака;

колба мерная 2-250-2, ГОСТ 1770;

пипетка 1-2-5, 2-2-15, ГОСТ 20292;

стакан химический ВН-250, ГОСТ 25336;

цилиндр мерный 1-50, ГОСТ 1770;

колба коническая КН-250-50, ГОСТ 25336;

- 14 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

чашка фарфоровая, ГОСТ 9147;

ступка фарфоровая с пестиком;

фильтр "белая лента";

универсальная индикаторная бумага;

кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., разбавленная по объему 1:1;

кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.д.а., плотностью не менее 1,4 г/см³;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч.д.а., раствор с концентрацией 2 моль/дм³;

стандартный раствор трилона Б (0,05 М) по ТУ 6-09-

2540-72, приготовленный из фиксанала;
натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч.д.а.;
флуорексон (индикатор), который готовят, растирая
его в ступке с хлористым натрием или калием в
соотношении 1:100.

6.1.3 Проведение анализа осуществляется следующим образом: 1,5 г фосфогипса, взвешенного с погрешностью до четвертого знака, помещают в стакан вместимостью 250 см³, доливают 50 см³ разбавленного раствора соляной кислоты 1:1, стакан накрывают фарфоровой чашкой и кипятят в течение 30 минут. Затем раствор с нерастворимым остатком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³. Раствор охлаждают, доводят водой объем до метки, перемешивают и фильтруют в коническую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата через фильтр "белая лента" (раствор).

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают 15 см³ фильтрата, добавляют 50 см³ воды, 10-15 см³ гидроокиси калия. Значение pH среды (pH=13) проверяют по универсальной индикаторной бумаге. На кончике шпателя вносят флуорексон и титруют стандартным раствором трилона В (0,05 М), применяя черный фон, до исчезновения желто-зеленой флуоресценции. Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого раствора.

6.1.4 Обработка результатов. Массовую долю CaSO₄ (X1) в фосфогипсе в % вычисляют по формуле:

$$X1 = \frac{(Y - Y1) \times 0,0068 \times 250(100 + X2)}{M \times 15},$$

- 15 - ДСТУ В В.2.7-1-93

где Y - объем раствора 0,05 М трилона В, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

Y1 - объем раствора 0,05 М трилона В, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

0,0068 масса CaSO₄, соответствующая точно 1 см³ 0,05 М раствора трилона В, г;

X2 - содержание воды, определяемое по п.6.2;

250 - объем мерной колбы, см³;

M - масса навески, г;

15 - анализируемая аликвота, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %.

6.2 Определение массовой доли воды в фосфогипсе

6.2.1 Сущность метода заключается в удалении воды при нагревании.

6.2.2 Применяемые аппаратура, реактивы и растворы:

весы лабораторные аналитические, тип ВЛР-200, класс 2 или аналогичные, с погрешностью взвешивания до четвертого десятичного знака;
электропечь СНОЛ-1625/1-М1У42 или другой тип, обеспечивающий при необходимости в интервале температур от 673 до 723 К (від 400 до 450 оС) погрешность регулирования температуры +_10 К (+_10 оС);
тигель фарфоровый N 40-50;
эксикатор;
водопоглощающие вещества для эксикатора (плавленый CaCl₂ или силикагель активный).

6.2.3 Проведение анализа осуществляется следующим образом. Из усредненной пробы фосфогипса отбирают около 5 г сырого фосфогипса и взвешивают с погрешностью до четвертого десятичного знака в фосфоровом тигле, предварительно прока-

ленном до постоянной массы при температуре 673 К (400 оС), и прокаливают в течение 30 мин. После охлаждения в эксикаторе до (293 +_ 5)К (20 +_ 5) оС тигель взвешивают с погрешностью до четвертого десятичного знака.

6.2.4 При обработке результатов массовую долю общей воды в сыром фосфогипсе (X2) в % вычисляют по формуле:

$$X2 = \frac{M - M1}{M1} \times 100,$$

где М - масса пробы до прокаливания, г;

M1 - масса пробы после прокаливания, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,6% при массовой доле воды более 6%, и 0,4% - при массовой доле воды менее 6%.

6.3 Определение массовой доли фосфатов

6.3.1 Метод фотоколориметрический основан на образовании окрашенного в желтый цвет фосфорнованадиевомолибденового комплекса в аликвоте разложения навески анализируемой пробы.

6.3.2 Аппаратура, приборы, реактивы и растворы:

весы лабораторные аналитические, тип ВЛР-200,

класс 2 или другие аналогичные с погрешностью

взвешивания до четвертого десятичного знака;

фотоколориметр типа КФК и ФОК-56 м,

электрофотометр СФ-26 или аналогичный прибор с

кюветами толщиной поглощающего свет слоя

раствора 10 мм;

колбы, цилиндры, мензурки по ГОСТ 1770;

пипетки, микробюретки по ГОСТ 20292;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью не менее

1,4 г/см³, разбавленная 1:2;

кислота серная по ГОСТ 4207;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ

4198, ч.д.а., раствор, содержащий 1 мг P₂O₅ в 1 см³;

аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336,

ч.д.а., раствор 0,25%;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, ч.д.а.,

раствор 5%;

реактив на фосфаты.

- 17 - ДСТУ В В.2.7-1-93

6.3.3 При подготовке к проведению испытаний приготавливают необходимые растворы.

6.3.3.1 Приготовление раствора с массовой долей аммония ванадиевокислого мета 0,25%:

2,5 г ванадиевокислого аммония взвешивают с погрешностью

до 0,1 растворяют в 500 см³ дистиллированной воды,

нагретой до 323 К (50 оС) и доливают цилиндром 20 см³

концентрированной азотной кислоты. Раствор охлаждают,

переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой

до метки, перемешивают и фильтруют.

6.3.3.2 Приготовление раствора с массовой долей молибденовокислого аммония 5%:

50 г молибденовокислого аммония взвешивают с погрешностью

0,1 г, переносят в стакан вместимостью от 800 до 1000 см³,

растворяют в 500 см³ дистиллированной воды, нагретой до 323

К (50 оС). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки, перемешивают и

фильтруют.

6.3.3.3 Приготовление раствора азотной кислоты:

раствор азотной кислоты 1:2 готовят разбавлением одного

объема концентрированной кислоты двумя объемами воды.

6.3.3.4 Для приготовления реактива на фосфаты смешивают равные объемы растворов азотной кислоты, мета ванадиевокислого аммония и молибденовокислого аммония в указанной последовательности. Если раствор мутный, его фильтруют. Раствор хранят в бутылке из темного стекла или полиэтилена.

6.3.3.5 Приготовление раствора калия фосфорнокислого однозамещенного, содержащего 1 мг P₂O₅ в 1 см³ (стандартный раствор):

от 4 до 5 г однозамещенного фосфорнокислого калия помещают в бюкс диаметром от 32 до 58 мм и высотой (30 ± 2) мм и высушивают при температуре (381 ± 4) К (108 ± 4) °С в течение 2 ч, затем охлаждают в эксикаторе 40–60 мин. 1,9175 г подготовленного реактива взвешивают с погрешностью до четвертого десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в 500–800 см³ воды с добавкой 5 см³ азотной кислоты плотностью 1,4 г/см³, доливают водой с температурой 293 К (20 °С) до метки и тщательно перемешивают.

6.3.3.6 Для построения градуировочного графика готовят серию стандартных растворов.

– 18 – ДСТУ Б В.2.7-1-93

В мерные колбы вместимостью 100 см³ микробюреткой вносят поочередно 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см³ стандартного раствора калия фосфорнокислого однозамещенного, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 мг P₂O₅. Объем раствора в каждой колбе доводят до 25 см³, доливают цилиндром 25 см³ реактива на фосфаты, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Через 15 мин. измеряют оптическую плотность окрашенных растворов относительно нулевого раствора. Измерение проводят при длине волны 450 нм в кюветах с толщиной поглощающего света 10 мм.

По данным значений оптических плотностей строят график, откладывая на оси абсцисс содержание P₂O₅ в мг в растворах, а на оси ординат – соответствующие им значения оптических плотностей.

6.3.4 Проведение испытаний осуществляется следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят пипеткой 25 см³ раствора 1, приготовленного по п.6.1.3, прибавляют 25 см³ реактива на фосфаты, перемешивают, доливают до метки водой, перемешивают и через 15 мин. фотометрируют в условиях, аналогичных построению градуировочного графика.

6.3.5 При обработке результатов массовую долю фосфатов (X₃) в % вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{a \times 250 \times (100 + X_2)}{1000 \times 25 \times M},$$

где а – количество P₂O₅, найденное по градуировочному графику, мг;
М – масса анализируемой пробы, г;
X₂ – массовая доля воды, %, определяемая по п.6.2;
25 – анализируемая аликвота кислотного разложения см³;
250 – объем мерной колбы, см³;
1000 – коэффициент перевода концентрации моль/см³ в моль/дм³.

6.4 Определение массовой доли водорастворимых фосфатов.

6.4.1 Сущность метода аналогична определению массовой доли общих фосфатов по 6.3. Анализируемая аликвота фильтрата водного экстрагирования навески анализируемой пробы.

6.4.2 При проведении испытаний навеску фосфогипса 10

– 19 – ДСТУ Б В.2.7-1-93

г, взвешенную с погрешностью до четвертого знака, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³.

Объем раствора доливают дистиллированной водой до 400 см³, закрывают пробкой и взбалтывают в течение 30 мин. на механическом встряхивателе типа АВУ-1 с частотой встряхивания 140-150 колебаний в минуту или другом аналогичном приборе.

Потом объем раствора в колбе доводят до метки водой, тщательно перемешивают и фильтруют через сухой фильтр "синяя лента", отбрасывая первые порции фильтрата (раствор 2).

20-25 см³ полученного фильтрата пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до 30 см³, цилиндром доливают 25 см³ реактива на фосфаты, приготовленного по п.6.3.3.4, перемешивают содержимое колбы круговыми движениями, доводят до метки водой, перемешивают и через 15 мин. фотометрируют в условиях построения градуировочного графика по п.6.3.3.6.

6.4.3 При обработке результатов массовую долю водорастворимых фосфатов (X₄) в % вычисляют по формуле:

$$X_4 = \frac{a_1 \times 500 \times (100 + X_2)}{1000 \times Y \times M_1},$$

где a₁ - количество P₂O₅, найденное по градуировочному графику, мг;
Y - анализируемая аликвота раствора 2, см³;
500 - объем мерной колбы, см³;
M₁ - масса анализируемой пробы, г;
X₂ - массовая доля воды, %, определяемая по п.6.2;
1000 - коэффициент перевода концентрации моль/см³ в моль/дм³.

6.5. Определение массовой доли водорастворимых соединений фтора (в пересчете на фтор).

6.5.1 Сущность метода заключается в прямом потенциометрическом измерении концентрации ионов фтора с помощью фторселективного электрода.

- 20 - ДСТУ В В.2.7-1-93

6.5.2 Применяемые аппаратура, реактивы, растворы:
ионметр универсальный типа ЭВ-74 или аналогичный с фторселективным электродом типа F-007 или аналогичным;
едкий натр по ГОСТ 4328, ч.д.а.;
натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч.д.а.;
уксусная кислота ледяная по ГОСТ 61,
натрий лимоннокислый по ГОСТ 22280, ч.д.а.;
фенолфталеин, спиртовой раствор 1 %;
буферный раствор рН=6;
натрий фтористый по ГОСТ 4463, ч.д.а.;
дистиллированная вода по ГОСТ 6709;
натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, ч.д.а.

Для приготовления буферного раствора рН=6 растворяют в воде 58,5 г NaCl, 15 г ледяной уксусной кислоты, 102 г уксуснокислого натрия, 15 г лимоннокислого натрия, доводят объем до 1 л, измеряют рН раствора и, в случае необходимости, добавляют уксусную кислоту или щелочь, доводя рН до 6.

6.5.3 Стандартный раствор с концентрацией 0,1 М фтористого натрия готовят следующим образом: 2,100 г фтористого натрия растворяют в 200 см³ дистиллированной воды в мерной колбе на 500 см³, прибавляют 250 см³ буферного раствора, доводят до метки и тщательно перемешивают. Раствор с концентрацией 0,01 М получают разбавлением в 10 раз первого раствора. Для этого 50 см³ первого раствора переносят в мерную колбу на 500 см³, добавляют 225 см³ буферного раствора, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Так же готовят растворы концентрацией 0,001 М и 0,0001 М.

6.5.4 Для построения градуировочного графика в 5 стаканов емкостью 50 см³ наливают по 20–30 см³ приготовленных стандартных растворов. Стакан ставят на магнитную мешалку, погружают в раствор электроды и через 1–2 мин измеряют ЭДС (мВ). По данным значениям ЭДС строят график, откладывая по оси абсцисс отрицательный логарифм молярной концентрации фтора, а по оси ординат – ЭДС в милливольтках.

Калибровочный график следует проверять в день проведения анализа.

6.5.5 20 см³ раствора 2, приготовленного по п.6.4.2, пипеткой переносят в мерную колбу на 50 см³, нейтрализуют раствором 3 М едкого натра по фенолфталеину до малиновой окраски, доливают цилиндром 25 см³ буферного раствора, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Производят измерение ЭДС раствора, как при построении градуировочного графика. По графику находят концентрацию ионов фтора в моль/дм³.

6.5.6 При обработке результатов массовую долю (X₅) водорастворимых соединений фтора (в пересчете на фтор) в % вычисляют по формуле:

$$X_5 = \frac{C \times 19 \times 500 \times 50 \times (100 + X_2)}{M \times 20 \times 1000},$$

где С – молярная концентрация фтора в пробе, найденная по графику, моль/дм³;
19 – молярная масса эквивалента фтора, г;
500 – объем мерной колбы, см³;
М – масса пробы, г;
50 – объем мерной колбы, см³;
1000 – коэффициент перевода концентрации моль/см³ в моль/дм³.
20 – анализируемая аликвота, см³;
X₂ – массовая доля воды, определяемая по п.6.2.

За результат берут среднее арифметическое двух параллельных измерений. Расхождение между ними не должно превышать 0,03%.

6.6 Определение массовой доли соединений фтора (в пересчете на фтор).

6.6.1 Определение массовой доли соединений фтора производится по п.6.5, используя раствор 1, приготовленный по п.6.1.3 подставляя в формулу для вычисления значение объема мерной колбы 250 см³ вместо 500 см³.

6.7 Определение суммарной удельной активности естественных радионуклидов А сум. ЕРН.

6.7.1 Определение суммарной удельной активности естественных радионуклидов (А сум. ЕРН) определяют в соответствии с РСН 356–91 "Положение о радиационном контроле на объектах строительства и предприятиях стройиндустрии и стройматериалов Украины".

- 22 - ДСТУ Б В.2.7-1-93

7 ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

7.1 Транспортирование фосфогипса производится всеми видами транспорта.

7.2 Погрузка фосфогипса в транспортные средства, загрязненные остатками ранее перевозимых грузов как с внутренней стороны, так и с внешней стороны, запрещается.

7.3 Фосфогипс должен храниться в условиях, исключающих загрязнение посторонними примесями.

8. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

8.1 Предприятие-изготовитель должно гарантировать соответствие свойств фосфогипса требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортировки и хранения.

8.2 Гарантийный срок хранения фосфогипса – два месяца

со дня отгрузки потребителю.

При более длительном хранении фосфогипс должен быть проверен на соответствие показателей требованиям настоящего стандарта.

- 23 -

ДСТУ Б В.2.7-1-93

УДК 691.5

Ключевые слова: фосфогипс, сырье для гипсового вяжущего, гипсовое вяжущее, химический состав фосфогипса.