

ДСТУ 2904—94
(ГОСТ 857—95)

ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**КИСЛОТА СОЛЯНА СИНТЕТИЧНА
ТЕХНІЧНА**
Технічні умови

Видання офіційне

ДЕРЖСТАНДАРТ УКРАЇНИ
Київ

ДСТУ 2904—94 (ГОСТ 857—95)

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО І ВНЕСЕНО Київським науково-дослідним інститутом синтезу та екології (КНДІ «Синтеко»).

2 ЗАТВЕРДЖЕНО наказом Держстандарту України № 312 від 9 грудня 1994 р.

ВВЕДЕНО В ДІЮ наказом Держстандарту України № 196 від 20 червня 1995 р.

3 Додаток Б цього стандарту є повним аутентичним текстом МС ISO 905—1976.

4 НА ЗАМІНУ ГОСТ 857—88.

5 РОЗРОБНИКИ: В. Г. Овчинников, А. С. Мантуло, В. І. Лазукін,
А. І. Шерстюк, Т. І. Соловйова

Видання офіційне

© Держстандарт України, 1995

Цей стандарт не може бути повністю чи частково відтворений, тиражований
і розповсюджений без дозволу Держстандарту України

ЗМІСТ

	с.
1 Галузь використання	1
2 Нормативні посилання	1
3 Технічні вимеси	3
4 Вимоги безпеки	6
5 Приймання	7
6 Методи аналізу	8
7 Транспортування та зберігання	21
Додаток А Методика вимірювання масової концентрації хлористого водню у повітрі виробничих приміщень	23
Додаток Б (МС ISO 905-76)	26

ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

КИСЛОТА СОЛЯНА СИНТЕТИЧНА ТЕХНІЧНА

Технічні умови

КИСЛОТА СОЛЯНАЯ СИНТЕТИЧЕСКАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Технические условия

SYNTHETIC HYDROCHLORIC ACID FOR INDUSTRIAL USE

Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л12

к ГОСТ 857—95 Кислота соляная синтетическая техническая. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие Таб- лица принятия	—	Республика Молдова Молдовастандарт

(ИУС № 12 1997 г.)

медичний, харчовий промисловості, кольоровий та чорний металургії.

Формула: HCl .

Молекулярна маса (за міжнародними атомними масами 1987 р.) — 36,46.

Вимоги за пунктами таблиці 2 і 7 цього стандарту є обов'язковими, інші вимоги — рекомендовані.

2 Нормативні посилання

ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.044—89 ССБТ. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.013—85 ССБТ. Очки защитные. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.021—75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103—83 ССБТ. Одежда специальная защитная

ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Х/С **СЛОВА СОЛЯНА СИНТЕТИЧНА ТЕХНІЧНА**
Технічні умови

ТА СОЛЯНАЯ СИНТЕТИЧЕСКАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ
Технические условия

NETIC HYDROCHLORIC ACID FOR INDUSTRIAL USE
Specifications

Чинний від 1996—07—01

1 Галузь використання

Цей стандарт поширюється на технічну синтетичну соляну кислоту, яку одержують абсорбцією водою хлористого водню, утвореного під час взаємодії випареного, електролітичного хлору, абгазів зрідження хлору з воднем.

Технічну синтетичну соляну кислоту використовують у хімічній, медичній, харчовій промисловості, кольоровій та чорній металургії.

Формула: HCl .

Молекулярна маса (за міжнародними атомними масами 1987 р.) — 36,46.

Вимоги за пунктами таблиці 2 і 7 цього стандарту є обов'язковими, інші вимоги — рекомендовані.

2 Нормативні посилання

ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.044—89 ССБТ. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.013—85 ССБТ. Очки защитные. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.021—75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103—83 ССБТ. Одежда специальная защитная

ДСТУ 2904—94 (ГОСТ 857—95)

ГОСТ 12.4.121—83 ССБТ. Противопожарные промышленные фильтрующие. Технические условия

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двуххромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов при анализе

ГОСТ 4520—78 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5230—74 Реактивы. Ртуть окись желтая. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9557—87 Поддон плоский деревянный

ГОСТ 10485—75 Реактивы. Методы определения содержания примеси мышьяка

ГОСТ 10555—75 Реактивы и особо чистые вещества. Колориметрические методы определения содержания примеси железа

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Трилон Б

ГОСТ 14192—77 Маркировка грузов

ГОСТ 18573—86 Ящики деревянные для продукции химической промышленности. Технические условия

ГОСТ 19433—88 Грузы опасные

ГОСТ 19908—90 Тиг.ли, чашки, стаканы из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 21650—76 Средства скрепления тарно-штучных грузов в пакетах

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые.

Общие технические условия

ГОСТ 24597—81 Пакеты тарно-штучных грузов. Основные параметры и размеры

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

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Общие требования

ГОСТ 26663—85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования

3 Технічні вимоги

3.1 Технічна синтетична соляна кислота повинна виготовлятися згідно з вимогами цього стандарту за технологічним регламентом, затвердженим в установленому порядку.

3.2 Характеристики

3.2.1 Соляну кислоту виготовляють двох марок: А і Б.

3.2.2 За фізико-хімічними показниками технічна синтетична соляна кислота повинна відповідати нормам, зазначеним у таблиці 1.

Таблиця 1

Назва показника	Норма для марки			Методи аналізу
	А ОКП 21 22110100	Б ОКП 21 2211 0200		
		вищого сор- ту ОКП 21 2211 0220	першого сорту ОКП 21 2211 0230	
1 Зовнішній вигляд	Прозора безбарвна чи жовтувата рідина		Прозора жовта рідина	Згідно з 6.4
2 Масова частка хлористо- го водню, %, не менше ніж	35	33	31,5	Згідно з 6.5
3 Масова частка заліза (Fe), %, не більша ніж	0,001	0,002	0,015	Згідно з 6.6
4 Масова частка залишку після прожарювання, %, не більша ніж	0,010	0,015	0,100	Згідно з 6.7
5 Масова частка вільного хлору, %, не більша ніж	0,002	0,002	0,008	Згідно з 6.8
6 Масова частка миш'яку (As), %, не більша ніж	0,0001	0,0001	0,0002	Згідно з 6.9
7 Масова частка ртуті (Hg), %, не більша ніж	0,0003	0,0004	0,0005	Згідно з 6.10

Примітка 1. Масову частку ртуті нормують у кислоті, яку одержують з водню та хлору ртутного електроду.

Примітка 2. Допускається для харчової промисловості за погодженням із споживачем виготовлення кислоти з масовою часткою хлористого водню не більшою ніж 26 %.

Примітка 3. У кислоті, використовуваний для травлення металів, масова частка заліза та залишку після прожарювання не нормується.

Примітка 4. За погодженням із споживачем допускається в кислоті обох марок масова частка хлористого водню не менша ніж 30 %.

3.3 Маркування

3.3.1 Транспортне маркування бочок та бутлів — згідно з ГОСТ 14192 з нанесенням маніпуляційного знаку «Герметичне пакування».

Маркування, що характеризує транспорту небезпечність вантажу, —

згідно з ГОСТ 19423 (клас 8, підклас 8.1, класифікаційний шифр 8162, рисунок 8/6 а), серійний номер ООН 1789.

3.3.2 До кожної бочки чи бутля прикріплюють ярлик з фанери чи цупкого картону, захищений кислотостійкою та вологонепроникною оболонкою, на який наносять дані, що характеризують запакований продукт:

- назву підприємства та (або) його товарний знак;
- назву продукту, його марку, сорт;
- позначення цього стандарту;
- номер партії, дату виготовлення;
- масу брутто і нетто;
- номер бочки чи бутля та загальну кількість їх у партії.

3.3.3 Знаки та написи на цистернах і контейнерах наносять відповідно до вимог «Правил перевезки опасных грузов» (ч. 2, розділ 41, 1987, Москва).

3.4 Пакування

3.4.1 Технічну синтетичну соляну кислоту розливають у спеціальні гумовані цистерни відправники та чи одержувача, гумовані контейнери, поліетиленові бочки місткістю 50 дм³ і скляні бутлі місткістю 20 дм³ згідно з чинною нормативною документацією.

Скляні бутлі пакують у ящики типу V-I, номер 3-2 згідно з ГОСТ 18573.

Пакування повинно відповідати ГОСТ 26319.

3.4.2 Допускається заливати продукт у цистерни та контейнери із залишком соляної кислоти, якщо аналіз залишку підтверджує відповідність його якості вимогам цього стандарту. У протилежному випадку залишок соляної кислоти вилучають, а цистерну чи контейнер промивають.

Бочки та бутлі повинні бути сухими та чистими.

3.4.3 Наливні люки цистерн, контейнерів і пробки бочок повинні бути герметизовані гумовими чи поліетиленовими прокладками, як під час відправлення споживачу (заповнених кислотою), так і під час повернення постачальнику порожньої тари.

Горловини бутлів, закупорені притертими скляними пробками чи загвинчені кришками, повинні бути обгорнуті поліетиленовою плівкою та зав'язані шпагатом.

3.4.4 Рівень (ступінь) заповнення цистерн, контейнерів, бочок і бутлів обчислюють з урахуванням максимального використання вантажопідйомності (місткості) та об'ємного розширення продукту за можливого перепаду температури на шляху прямування

4 Вимоги безпеки

4.1 Технічна синтетична соляна кислота — їдка рідина, стабільна у хімічному відношенні.

На повітрі кислота «димить» через виділення хлористого водню та притягнення ним вологи з повітря, з утворенням кислотного туману.

Метали, які знаходяться у ряді напружень тівіше водню (Al, Zn, Fe, Co, Ni, Pb та ін.), витісняють його з соляної кислоти, що може привести до утворення вибухонебезпечних воднево-повітряних сумішей.

Заходи безпеки — виключення контакту соляної кислоти з цими металами за рахунок антикорозійних покриттів, продувки азотом і перевірки газової фази з обладнання та трубопроводів на вибуховість перед проведенням вогневих робіт.

4.2 Згідно з ГОСТ 12.1.044 продукт належить до негорючих речовин.

4.3 Туман соляної кислоти подразнює верхні дихальні шляхи та слизові оболонки очей, потрапляючи на шкіру — викликає опіки.

4.4 Згідно з ГОСТ 12.1.005 гранично допустима концентрація (ГДК) парів соляної кислоти у повітрі робочої зони — 5 мг/м^3 , клас небезпечності — 4 (речовини високонебезпечні).

ГДК хлору у повітрі робочої зони — 1 мг/м^3 , клас небезпечності — 2 (речовини високонебезпечні).

Хлор і соляна кислота мають гостронаправлений механізм дії. Робота з ними вимагає спеціального захисту шкіри та очей.

Визначення хлористого водню, хлору — згідно з чинною нормативною документацією.

Точки відбору проб мають бути погоджені з місцевими органами санепідслужби. Оцінення стану повітряного середовища за одночасної присутності хлору та хлористого водню — згідно з ГОСТ 12.1.005.

4.5 Технологічні процеси виробництва і використання соляної кислоти та обладнання, що застосовується, повинні відповідати вимогам санітарних правил № 1042–73.

Виробничі приміщення мають бути обладнані вентиляцією згідно з ГОСТ 12.4.021 та СНиП 2.04.15–91 і підведенням води, що відповідає вимогам ГОСТ 2874.

4.6 Усі роботи з соляною кислотою повинні проводитись у спецодязі типу К50 згідно з ГОСТ 12.4.103 і у захисних окулярах типу Г згідно з ГОСТ 12.4.013.

Усі, хто працює з кислотою, повинні забезпечуватись промисловими фільтрувальними протигазами марки В (СИЗОД ФГП, ФГ-130) згідно з ГОСТ 12.4.121.

4.7 В разі розливання соляну кислоту змивають з поверхні цідлоги великою кількістю води або лужного розчину. Кислі сліди води перед надходженням у систему загальнозаводської каналізації повинні неїтралізуватись на локальних очисних установках.

4.8 Гасіння пожежі проводиться за допомогою розпиленої води та повітряно-механічної піни.

4.9 Некондиційний продукт нейтралізують розчином лугу. Газові викиди уловлюються та нейтралізуються.

5 Приймання

5.1 Технічна синтетична соляна кислота повинна прийматись партіями.

Партією вважають будь-яку кількість соляної кислоти, однорідної за своїм якісним складом, оформлену одним документом про якість.

Документ про якість повинен містити такі дані:

- назву та (або) товарний знак підприємства-виробника;
- назву продукту, його марку, сорт, позначення стандарту;
- номер партії, дату виготовлення;
- номер цистерни, кількість контейнерів, бочок, бутлів;
- масу нетто;
- класифікаційний шифр згідно з ГОСТ 19433;
- результати проведеного аналізу або підтвердження відповідності якості вимогам цього стандарту.

5.2 Для перевірки якості соляної кислоти проводять приймально-здавальні та періодичні випробування.

5.3 Масову частку миш'яку виробник визначає періодично один раз у квартал.

5.4 Під час приймально-здавальних випробувань у виробника проби відбирають з товарного резервуару, призначеного для заповнення тари.

Для перевірки якості соляної кислоти у споживача проби відбирають:

- з кожної цистерни й контейнера;

ДСТУ 3904—94 (ГОСТ 85 —95)

— від 10 % бочок, бутлів, але не менше трьох, якщо партія менша ніж 10 бочок, бутлів.

5.5 Під час отримання незадовільних результатів аналізу хоча б за одним показником проводять повторний аналіз з подвійної вибірки або з проби, заново відібраної з цистерни, контейнера, бочки, бутля.

Результати повторного аналізу поширюються на всю партію.

6 Методи аналізу

6.1 Точкові проби з резервуару чи цистерни відбирають повільним зануренням пробовідбірника будь-якої конструкції, виготовленого з кислотостійких матеріалів, до дна резервуару, цистерни.

Точкові проби з бочок, бутлів і контейнерів відбирають за допомогою скляної чи поліетиленової трубки діаметром 10–15 мм з відтягнутим кінцем.

Об'єднану пробу отримують змішуванням однакових за об'ємами кількостей точкових проб.

6.2 З ретельно перемішаної об'єднаної проби відбирають пробу для аналізу об'ємом не меншим ніж 1 дм³, яку вміщують у суху чисту склянку з притертою пробкою чи поліетиленову банку з нагвинченою кришкою. На склянку чи поліетиленову банку наклеюють етикетку із зазначенням:

- назви виробника та продукту;
- позначення цього стандарту, марки, сорту;
- дати та місця відбору проби;
- номеру партії і дати виготовлення;
- прізвища особи, що відібрала пробу.

6.3 Загальні вказівки щодо проведення аналізу.

Під час проведення аналізу температура повітря повинна бути (20±5) °С.

Для зважування потрібно використовувати лабораторні ваги загального призначення: згідно з ГОСТ 24104, класів точності 2 і 4 з найбільшими межами зважування 200 і 500 г.

Допускається використання імпортного посуду за класом точності і реактивів за якістю не нижчим ніж вітчизняні.

Допускається визначення густини соляної кислоти за додатком Б.

6.4 Визначення зовнішнього вигляду.

Зовнішній вигляд визначають візуально, розглядаючи освітлений стовбчик кислоти, налитий у циліндр 2–100 згідно з ГОСТ 1770.

6.5 Визначення масової частки хлористого водню.

6.5.1 Метод визначення ґрунтується на реакції нейтралізації іонів водню гідроксидом натрію



Як індикатор використовують метиловий й оранжевий.

6.5.2 Апаратура, реактиви, розчини:

- бюретка 1, 2, 3—25—0,1 згідно з ГОСТ 29251;
- колба Кн—1, 2—100, 250—1 згідно з ГОСТ 25336;
- колба 2—250, 1000 згідно з ГОСТ 1770;
- піпетка 2—20 згідно з ГОСТ 291697;
- циліндр 1, 2—25 згідно з ГОСТ 1770;
- натрію гідроксид згідно з ГОСТ 4328, х. ч. , розчин ко нцентрації $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, готують згідно з ГОСТ 25794.1;
- метиловий ораанжевий (індикатор), розчин з масовою часткою 0,1 %, водний розчин готують згідно з ГОСТ 4919.1;
- вода дистильована згідно з ГОСТ 6709, щ. не міст.ить вуглекислоти, готують згідно з ГОСТ 4517.

6.5.3 Проведення аналізу

У попередньо зважену колбу з притертою пробкою місткістю 100 см³, в яку налито 20 см³ води, вміщують 3 см³ аналізованої кис.оти і знову зважують (результат зважування записують з точністю до четвертого десяткового знаку). Розчин кількісно переносять у мірну колбу місткістю 250 см³, кілька разів змивають колбу дистильованою водою, зливаючи її у мірну колбу, доводять об'єм водою до позначки та перемішують. Піпеткою відбирають 20 см³ одержаного розчину соляної кислоти у конічну колбу місткістю 250 см³, додають 25 см³ води, 2—3 краплі метилового оранжевого індикатору і титрують розчин гідроксиду натрію до переходу червоного забарвлення у жовте.

6.5.4 Опрацювання результатів

Масову частку хлористого водню X у відсотках розраховують за формулою:

$$X = \frac{V \cdot 0,003646 \cdot 250 \cdot 100}{(m_1 - m) \cdot V_1} , \quad (2)$$

де V — об'єм розчину гідроксиду натрію концентрації точно $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, витраченого на титрування, см³;

V_1 — об'єм розчину аналізованої соляної кислоти, взятого для аналізу, см³;

ДСТУ 2904—94 (ГОСТ 857 -95)

m — маса колби з водою, г,

m_1 — маса колби з водою та аналізованою кислотою, г;

0,003646 — маса хлористого водню, що відповідає 1 см³ розчину гідроксиду натрію конц. титрації точно с (NaOH) = 0,1 моль/дм³, г/см³.

Результатом аналізу вважають середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань, допустиме розходження між якими не повинно перевищувати 0,3 % за довірчої імовірності $P = 0,95$.

Допустимі відхилення між результатами, отриманими у двох лабораторіях, не повинні перевищувати 0,6 %. Відносна сумарна похибка визначення ± 2 % за довірчої імовірності $I = 0,95$.

6.6 Визначення масової частки заліза

6.6.1 Масову частку заліза визначають у соляній кислоті після розведення проби без попередньої її нейтралізації. Нейтралізацію проводять після введення сульфосаліцилової кислоти, тобто одночасно проходять нейтралізація й утворення сульфосаліцилатного комплексу заліза $[\text{Fe}(\text{Sal})]^{2-}$, забарвлюючи у малолужному середовищі (рН 8,0–11,5) у жовтий колір. Інтенсивність світлопоглинання утвореного комплексу вимірюють фотоелектроколориметром. Діапазон вимірювання $5 \cdot 10^{-4} - 2,0 \cdot 10^{-2}$ %.

6.6.2 Апаратура, розчини, реактиви:

- колориметр фотоелектричний лабораторний ФЕК-56М, КФК чи іншого типу, який забезпечує задану чутливість і точність;
- секундомір механічний будь-якої марки;
- стаканчик СВ-14/8 згідно з ГОСТ 25336;
- колби 1, 2–50, 100, 250 і 10000 см³ згідно з ГОСТ 1770;
- піпетки 1, 2, 5, 7–1, 25, 2, 5, 10 згідно з ГОСТ 29169;
- кислота соляна згідно з ГОСТ 3118, х. ч., водний розчин (1:1);
- аміак водний згідно з ГОСТ 3760, ч. д. а., розчин з масовою часткою 25 %;
- кислота сульфосаліцилова згідно з ГОСТ 4478, ч. д. а., розчин концентрації 100 г/дм³;
- галун залізоамонійний згідно з чинною нормативною документацією. Розчин заліза концентрації 1 мг/см³ готують згідно з ГОСТ 4212, зведенням готують розчин концентрації 10 мкг/см³, свіжоприготований;
- вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.

6.6.3 Підготовка до аналізу

6.6.3.1 Готування розчину сульфосаліцилової кислоти

10 г сульфосаліцилової кислоти переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, розчиняють, доводять об'єм до позначки, перемішують. Результати зважування записують з точністю до другого десяткового знаку.

6.6.3.2 Готування градуйованих розчинів і градуювання фотоспектрокологіметру

Градування та визначення проводять згідно з ГОСТ 10555 сульфосаліциловим методом.

У мірні колби місткістю 50 см³ вводять 30 см³ дистильованої води, піпеткою наливають по 1 см³ розчину соляної кислоти, 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 см³ розчину заліза концентрації 10 мкг/см³, по 2 см³ розчину сульфосаліцилової кислоти та по 5 см³ розчину аміаку. Після додавання кожного реактиву розчин перемішують. Об'єм розчину доводять водою до позначки та знову перемішують. Одночасно готують контрольний розчин: у мірну колбу місткістю 50 см³ вводять 30 см³ води, 1 см³ соляної кислоти, додають 2 см³ розчину сульфосаліцилової кислоти і далі роблять, як описано вище.

Оптичну щільність градуювальних розчинів вимірюють через (10 ± 1) кв у кюветках з товщиною поглинаючого світло шару розчину 50 мм за довжини хвилі 434 нм відносно контрольного розчину. Градування приладу допускається проводити методом найменших квадратів.

За одержаними результатами будують градуювальний графік, відкладаючи на осі абсцис введену в градуювальні розчини масу заліза в мікрограмах, на осі ординат — відповідні значення оптичних щільностей. Градуювальний графік перевіряють 1 раз на квартал, а також під час заміни реактивів чи приладів.

6.6.4 Проведення аналізу

Наважку аналізованої соляної кислоти масою (20 ± 1) г кількісно переносять у мірну колбу місткістю 250 см³, змиваючи стаканчик кілька разів водою, доводять об'єм розчину водою до позначки і перемішують. Результати зважування записують з точністю до другого десяткового знаку.

Піпеткою відбирають для марок А і Б вищого сорту по 25 см³, а для марки Б першого сорту — 2,5 см³ приготованого розчину, переносять у мірну колбу місткістю 50 см³, додають 2 см³ розчину сульфосаліцилової кислоти і перемішують. Після цього додають 10 см³ розчину аміаку, доводять об'єм водою до позначки і перемішують.

Контрольний розчин готують як описано у 6.6.2.2. Через (10 ± 1) кв замірюють оптичну щільність і, користуючись градуювальним графіком, знаходять масу заліза в аналізованому розчині в мікрограмах.

6.6.5 Оброблення результатів

Масову частку заліза X_1 у відсотках розраховують за формулою:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 10^{-6} \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_1}, \quad (3)$$

де m_1 — маса заліза в аналізованому розчині, визначена за градувальним графіком, мкг;

m — маса навжки соляної кислоти, взятої для виконання аналізу, г;

V — об'єм розчину соляної кислоти, одержаного після розведення маси соляної кислоти, см³;

V_1 — об'єм розведеного розчину соляної кислоти, взятого для виконання аналізу, см³.

Результатом аналізу вважають середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань, допустимі розходження між якими не повинні перевищувати 0,0005 %. Результати визначення округляють до чотирьох десяткових знаків.

Допустимі відхилення між результатами, отриманими у двох лабораторіях, не повинні перевищувати 0,0005 %.

Абсолютна сумарна похибка визначення $\pm 0,2$ А. де А — результат визначення за довірчої імовірності $P = 0,95$.

6.7 Визначення масової частки залишку після прожарювання

6.7.1 Масова частка залишку після прожарювання за температури 600 °С вимірюється ваговим методом. Діапазон визначення від 0,005 % до 0,100 %.

6.7.2 Апаратура, розчини, реактиви:

- циліндр 2–100 згідно з ГОСТ 1770;
- чашка кварцова типу КП місткістю 100 см³ згідно з ГОСТ 19908, платинова чи фарфорова;
- ексікатор 2–190 мм, 250 мм згідно з ГОСТ 25336;
- муфельна піч з термopарою, яка забезпечує підтримку температури (600 ± 10) °С;
- кислота сірчана згідно з ГОСТ 4204, х. ч.;
- кальцій хлористий, прожарений за температури 250–300 °С;
- вода дистильована згідно з ГОСТ 6709;
- годинник пісочний на 5 хв.

6.7.3 Підготовки до аналізу

Чашку прожарюють у муфельній печі з температурою $(600 \pm 10)^\circ\text{C}$ протягом (5 ± 1) хв. Після цього чашку ставлять в ексикатор з хлористим кальцієм і витримують протягом (30 ± 5) хв. Охолоджену чашку зважують. Результати зважування записують з точністю до четвертого десяткового знаку.

6.7.4 Проведення аналізу

Циліндром відбирають 85 см^3 аналізованої соляної кислоти і вносять у кварцову чашку, додають 1 краплю сірчаної кислоти та випарюють на водяній бані майже насухо. Чашку з залишком нагрівають на електричній плитці до припинення виділення пари сірчаної кислоти.

Випарювання аналізованої кислоти та розкладення сірчаної кислоти можна проводити під інфрачервоною лампою.

Після цього чашку з залишком переносять у муфельну піч, попередньо нагріту до $(600 \pm 10)^\circ\text{C}$, і прожарюють протягом (5 ± 1) хв. Переносять чашку в ексикатор, витримують (30 ± 5) хв та зважують.

6.7.5 Оброблення результатів

Масову частку залишку після прожарювання X_2 у відсотках розраховують за формулою:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m) \cdot 100}{V \cdot \rho} \quad (4)$$

де m_1 — маса чашки з залишком після прожарювання, г;

m — маса порожньої чашки, г;

V — об'єм проби соляної кислоти, взятої для аналізу, см^3 ;

ρ — густина соляної кислоти, $\text{г}/\text{см}^3$.

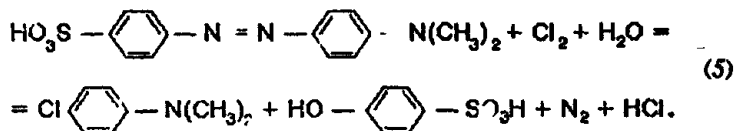
Результатом аналізу вважають середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань, допустиме розходження між якими не повинно перевищувати 0,0006 %. Результати паралельних визначень округлюють до 0,0001 %, результат визначення — 0,001 %.

Допустимі відхилення між результатами, отриманими у двох лабораторіях, не повинні перевищувати 0,0008 %. Абсолютна сумарна похибка визначення $\pm 0,0005\%$ за довірчої імовірності $P = 0,95$.

ДСТУ 904—94 (ГОСТ 85—95)

6.8 Визначення масової частки вільного хлору

6.8.1 Метод ґрунтується на реакції окислення метилового оранжевого хлором:



Внаслідок окислення метилового оранжевого забарвлення його розчинів стає менш інтенсивним. Інтенсивність забарвлення залежить від послідовності змішування розчинів, тому аналізовану соляну кислоту додають останньою під час перемішування.

Метод відзначається вибірністю, залізо (III) не заважає визначенню.

Діапазон вимірювання від $5 \cdot 10^{-4} \%$ до $8 \cdot 10^{-3} \%$.

6.8.2 Апаратура, реактиви, розчини:

— колориметр фотоелектричний лабораторний КФК чи іншого типу, що забезпечує задану чутливість і точність;

— колби мірні 2–25, 1000 згідно з ГОСТ 1770;

— лійки 1,5–1,2 згідно з ГОСТ 29169;

— кислота соляна згідно з ГОСТ 3118, х. ч., розчин (1:2);

— метиловий оранжевий (індикатор) розчин концентрації $0,1 \text{ г/дм}^3$, готують таким чином. $0,1 \text{ г}$ метилового оранжевого переносять у мірну колбу місткістю 1000 см^3 , доводять об'єм розчину водою до позначки та перемішують. Результати зважування записують з точністю до другого десяткового знаку.

6.8.3 Готування градуювальних розчинів і градуювання фотоелектроколориметра

У мірні колби місткістю 25 см^3 взодати 15 см^3 води, піпеткою доливають $2,0; 1,6; 1,2; 0,8; 0,4 \text{ см}^3$ розчину метилового оранжевого, що відповідає $0; 10; 20; 30; 40 \text{ мкг}$ хлору, додають по 1 см^3 розчину соляної кислоти доводять об'єм розчину водою до позначки та перемішують. Оптичну щільність одержаних розчинів вимірюють на фотоелектроколориметрі з товщиною поглинаючого шару розчину 10 мм і за довжини хвилі $490\text{--}505 \text{ нм}$.

Розчин порівняння — дистильована вода.

За одержаними даними будують градуювальний графік, відкладаючи на осі абсцис масу хлору в мікрограмах, на осі ординат — відповідні значення оптичних щільностей.

Градувальний графік перевіряють один раз у квартал, а також в разі заміни реактивів чи приладів.

Градування приладу допускається проводити за методом найменших квадратів.

6.8.4 Проведення аналізу

У мірну колбу місткістю 25 см³ вносять 15 см³ дистильованої води, енергично перемішують, піпеткою вносять 2 см³ розчину метилового оранжевого, (0,5–2) см³ аналізованої соляної кислоти, доводять об'єм розчину водою до позначки та перемішують. Оптичну щільність одержаного розчину вимірюють за допомогою фотоселектроколориметра з товщиною поглощаючого світла шару розчину 10 мм і за довжини хвилі 190–505 нм.

Розчин порівняння — дистильована вода.

Масу хлору в мікрограмах у кислоті знаходять за градувальним графіком.

6.8.5 Оброблення результатів

Масову частку вільного хлору X_3 у відсотках розраховують за формулою:

$$X_3 = \frac{m}{V} \frac{10^{-6}}{\rho} \frac{100}{\rho}, \quad (6)$$

де m — маса хлору в аналізованій соляній кислоті, яку знайшли за градувальним графіком, мкг;

V — об'єм соляної кислоти, взятої для виконання аналізу, см³;

ρ — густина аналізованої соляної кислоти, г/см³.

Результатом аналізу вважають середнє арифметичне результатів трьох паралельних вимірювань, розходження між якими не повинні перевищувати 0,0003 %. Результати визначення округляють до 0,0001 %.

Допустимі розходження між результатами, одержаними в двох лабораторіях, не повинні перевищувати 0,0005 %.

Абсолютна сумарна похибка визначення знаходиться у діапазоні $\pm 0,2 \Lambda$, де Λ — результат визначення за довірчої імовірності $P = 0,95$.

6.9 Визначення масової частки миш'яку

6.9.1 Метод ґрунтується на відгонці сполук миш'яку у вигляді миш'якохлористого водню з подальшою його взаємодією з бромистою ртуттю, утворюючи оранжеву сполуку, інтенсивність забарвлення якої порівнюють з інтенсивністю забарвлення еталону, що містить 0,002 і 0,004 мг миш'яку. Чутливість методу — 0,0001 %.

ДСТУ 904—94 (ГОСТ 85, —95)

6.9.2 Апаратура, реактиви, розчини:

- колби Кн-2-100, 250 згідно з ГОСТ 25336;
- піпетки 1,5-2,10 згідно з ГОСТ 29169;
- колби мірні 2,2-100, 1000 згідно з ГОСТ 1770;
- прилад для відгонки миш'яку згідно з ГОСТ 10485;
- циліндр 1,2-100 згідно з ГОСТ 1770;
- кислота соляна згідно з ГОСТ 3118 х. ч., розчин з масовою часткою 15 %;
- слово двохлористе — розчин з масовою часткою 10 % згідно з чинною нормативною документацією;
- слово гранульоване згідно з чинною нормативною документацією;
- цинк гранульований згідно з чинною нормативною документацією;
- розчин миш'яку масової концентрації 1 мг/см³, готують згідно з ГОСТ 4212;
- вода дистильована згідно з ГОСТ 6709;
- папірець бромно-ртутний, готують згідно з ГОСТ 4517.

6.9.3 Підготовка до аналізу

6.9.3.1 Готування розчину двохлористого олова

10 г реактиву розчиняють в 15 см³ соляної кислоти (в разі необхідності конічну колбу нагрівають). Розчин переносять у мірну колбу з притертою пробкою місткістю 100 см³, додають 0,5 г гранульованого олова, доводять об'єм водою до позначки.

Результати зливання записують з точністю до другого десяткового знаку.

6.9.3.2 Готування розчину миш'яку концентрації 0,001 мг/см³

Відбирають піпеткою 1 см³ розчину миш'яку, приготованого згідно з ГОСТ 4212, у мірну колбу місткістю 100 см³, доводять об'єм водою до позначки, перемішують.

Розчин використовують свіжоприготованим.

6.9.4 Проведення аналізу

Визначення проводять згідно з ГОСТ 10485. Для цього відбирають піпеткою 1,7 см³ (2 г) аналізованої соляної кислоти і вносять у колбу приладу для визначення миш'яку, що містить 30 см³ дистильованої води. Одночасно готують розчин порівняння: у колбу приладу вносять 30 см³ дистильованої води і піпеткою додають в одну колбу 2 см³, а в другу — 4 см³ розчину миш'яку концентрації 0,001 мг/см³.

Після цього в обидві колби додають по 7 см^3 концентрованої соляної кислоти, $0,5 \text{ см}^3$ розчину двохлористого олова. У кожну колбу додають по 5 г цинку, а в насадку — по бромно-ртутному папірцю. Швидко закривають пробкою з насадкою, обережно перемішують обертальними руками і залишають у спокої на (90 ± 10) хв. Після цього бромно-ртутні папірці виймають з приладів і порівнюють інтенсивність забарвлення папірця, змоченого аналізованим розчином і розчином порівняння.

Продукт відповідає встановленій стандартом нормі, якщо інтенсивність забарвлення папірця від аналізованого розчину соляної кислоти співпадає або менша інтенсивності забарвлення розчину порівняння.

6.10 Визначення масової частки ртуті

6.10.1 Визначення масової частки ртуті аналізатором «Ртуть-101»

6.10.1.1 Метод ґрунтується на вимірюванні концентрації парів металічної ртуті у газовій фазі за атомного абсорбцією резонансного випромінювання її атомів на довжині хвилі $253,7 \text{ нм}$.

Підготовка проби полягає в її кип'ятінні в присутності біхромату калію для вилучення газоподібного хлору. Діапазон вимірювання від $0,5 \%$ до $5 \cdot 10^{-4} \%$.

6.10.1.2 Апаратура, реактиви, розчини:

— аналізатор ртуті типу «Ртуть-101» (чи інший прилад з аналогічними метрологічними характеристиками);

— колби 2–100, 1000 згідно з ГОСТ 1770;

— піпетки 1, 2, 6, 7–1, 2, 5, 10 згідно з ГОСТ 29169;

— циліндр 3–100 згідно з ГОСТ 1770;

— колби Кн-1,50 згідно з ГОСТ 25336;

— кислота азотна згідно з ГОСТ 4461, х. ч.;

— калій двохромовокислий згідно з ГОСТ 4220, розчин концентрації 40 г/дм^3 (готують таким чином: 4 г реактиву розчиняють у 100 см^3 води; зберігають у колбі з притертою пробкою; результати зважування записують з точністю до другого десяткового знаку; розчин розведення готують таким чином: у мірну колбу місткістю 1000 см^3 вміщують 50 см^3 азотної кислоти, 5 см^3 розчину біхромату калію та доводять водою до позначки);

— олово двохлористе, розчин з масовою часткою 10% , (готують таким чином: 10 г реактиву розчиняють у мірній колбі місткістю 100 см^3 в 25 см^3 соляної кислоти і кип'ятять до повного розчинення реактиву; після охолодження до $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ об'єм доводять водою до позначки; свіжоприготований розчин очищають від ртуті продуванням повітрям протягом не менше ніж 5 хв ; використовують у день приготування; результати зважування записують з точністю до другого десяткового знаку);

— ртуть (II) азотнокисла 1-водна згідно з ГОСТ 4520, х. ч., розчин концентрації $0,01 \text{ мкг/см}^3$ (вихідний розчин концентрації 1 мг/см^3 готу-

ДСТУ 2904—94 (ГОСТ 857—95

ють згідно з ГОСТ 4212 — розчин А; відповідним розведенням готують розчин концентрації $0,01 \text{ мкг/см}^3$, для чого 10 см^3 розчину А вносять у мірну колбу місткістю 100 см^3 і доводять об'єм розчином розведення до позначки — розчин Б концентрації 100 мкг/см^3 ; придатний протягом 3 міс.; 1 см^3 розчину Б вносять у мірну колбу місткістю 100 см^3 і доводять об'єм розчином розведення до позначки — розчин Г концентрації 1 мкг/см^3 ; придатний протягом 7 год; 10 см^3 розчину Г вносять у мірну колбу місткістю 100 см^3 і доводять об'єм розчином розведення до позначки — робочий розчин концентрації $0,01 \text{ мкг/см}^3$; придатний протягом 7 год);

— вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.

6.10.1.3 Вимоги безпеки під час роботи з приладом «туть-101»

До роботи допускаються особи, що вивчили будову приладу і пройшли інструктаж для роботи з електричним обладнанням, що працює під напругою 1000 В. Потрібно перед роботою перевірити надійність заземлення. Під час ремонту або заміни реактивів прилад слід вимкнути з мережі.

6.10.1.4 Підготовка до аналізу

Прилад градуують згідно з вказівкою у паспорті (технічним описом та інструкцією), що додається до приладу.

6.10.1.5 Підготовка проби

У заздалегідь зважені дві конічні колби, що містять по $(20 \pm 1) \text{ см}^3$ дистильованої води, вносять по 10 г аналізованої соляної кислоти. Результати зважування записують з точністю до другого десяткового знаку. Потім у колби додають по 1 см^3 розчину біхромату калію та кип'ятять проби протягом 5 хв за умови збереження жовтого забарвлення біхромату калію. У протилежному випадку додають розчин біхромату калію порціями по $0,5 \text{ см}^3$. Після охолодження розчин кількісно переносять у мірну колбу місткістю 100 см^3 , доводять до позначки водою (розчин Д).

Одночасно в тих самих умовах проводять контрольний дослід, для чого в таку саму конічну колбу вводять 20 см^3 води і таку саму кількість біхромату калію, яку було використано під час підготовки проби. Кип'ятять 5 хв. Після охолодження розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см^3 (розчин Е).

2 см^3 розчину Д вносять у мірну колбу місткістю 100 см^3 і доводять об'єм до позначки розчином розведення (розчин Д₁). Таким самим чином розводять розчин Е і отримують розчин Е₁.

6.10.1.6 Проведення аналізу

Розчини Д₁ і Е₁ вміщують послідовно, починаючи з контрольного, в реактор аналізатора і проводять вимірювання згідно з інструкцією до приладу.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне показань аналізатора для двох паралельних проб (a), розходження між якими не перевищує $\pm(10+0,05\bar{a})$, де $\bar{a}$ — середнє арифметичне показань аналізатора для двох паралельних проб.

6.10.1.7 Оброблення результатів

Масову частку ртуті X_4 у відсотках розраховують за формулою:

$$X_4 = \frac{1 \cdot (a - b) \cdot 10^{-6} \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot 2 \cdot m} = \frac{(\bar{a} - b) \cdot 10^{-5}}{2 \cdot m}, \quad (7)$$

де $\bar{a}$ — середнє арифметичне показань аналізатора під час вимірювання двох паралельних проб;

b — показання аналізатора під час вимірювання контрольного розчину;

$1/1000$ — ціна поділки аналізатора, мкг;

m — маса аналізованої проби кислоти, г (10 г).

Результати вимірювань заокруглюють до $1 \cdot 10^{-5} \%$.

Відносна сумарна похибка вимірювання $\pm 10 \%$ за довірчої імовірності $P = 0,95$.

6.10.2 Визначення масової частки ртуті з дитизоном

6.10.2.1 Апаратура, розчини, реактиви:

— аміак водний згідно з ГОСТ 3760, розведений 1:10;

— кислота оцтова згідно з ГОСТ 61, х. ч., розчин концентрації $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$;

— натрій оцтовокислий згідно з ГОСТ 199, ч. д. а., розчин концентрації $c(\text{CH}_3\text{COONa}) = 1 \text{ моль/дм}^3$;

— ацетатний буферний розчин, готують таким чином: змішують рівні об'єми розчину оцтовокислого натрію і розчину оцтової кислоти;

— гідроксиамін солянокислий згідно з ГОСТ 5456, ч. д. а., водний розчин з масовою часткою 10%, свіжоприготований;

— кислота азотна згідно з ГОСТ 4461, х. ч.;

— кислота сірчана згідно з ГОСТ 4204, розчин концентрації $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$;

— сіль динатрієва етилендіамін- $\text{N}, \text{N}, \text{N}', \text{N}'$ -тетраоцтової кислоти 2-водна (трилон Б) згідно з ГОСТ 10652, розчин концентрації $c(\text{трилон Б}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$;

— хлороформ згідно з ГОСТ 20015;

— дитизон (дифенілтіокарбазон) згідно з чинною нормативною документацією, ч. д. а. (розчин дитизону у хлороформі готують таким чином: 0,2 г дитизону розчиняють в 50 см³ хлороформу, переносять у діляльну лійку місткістю 250 см³, додають 100 см³ розчину аміаку (1:10) і струшують; аміачний розчин відокремлюють і переносять в іншу діляльну лійку; операцію повторюють тричі, потім аміачний розчин підкислюють сірчаною кислотою до рН 3–4 і тричі екстрагують дитизон хлороформом порціями по 20 см³; екстракт хлороформу також промивають тричі і розводять до 100 см³ хлороформом (розчин А); зберігають розчин дитизону під шаром розчину сірчаної кислоти в темному прохолодному місці; перед вживанням розчин А розводять хлороформом так, щоб оптична щільність розчину, заміряна на фотоелектроколориметрі ФЕК–56 чи приладі іншої марки, за довжини хвилі 580–587 нм (світлофільтр 8 у кюветі з товщиною поглинаючого світло шару розчину 0,5 см) була 6 0,75 (розчин Б));

— ртуті оксид жовтий згідно з ГОСТ 5230;

— зразковий розчин ртуті готують згідно з ГОСТ 4212 чи таким чином: 0,1079 г оксиду ртуті розчиняють, слабо підігрівачи в 2–3 см³ концентрованої азотної кислоти і водою доводять до 100 см³; 1 см³ такого розчину містить 1 г ртуті; розведенням готують розчин, що містить 0,010 мг ртуті в 1 см³; результати зважування записують з точністю до четвертого десяткового знаку;

— універсальний індикаторний папір;

— вода дистильована згідно з ГОСТ 6709;

— фотоелектроколориметр ФЕК–56 чи аналогічний прилад з заданою точністю та чутливістю;

— лійка ВДТ–250 згідно з ГОСТ 25336;

— стакан 1,2–100 згідно з ГОСТ 25336.

6.10.2.2 Побудова градуювального графіка

У п'ять діляльних лійок місткістю 250 см³ вносять 50 см³ води, 1, 2, 3, 4 і 5 см³ розведеного зразкового розчину ртуті, що відповідає 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 і 0,050 мг ртуті, по 5 см³ розчину трилону Б, 10 см³ буферного розчину, перемішують протягом 1 хв, додають 5 см³ хлороформу, знову перемішують протягом 1 хв і після відстоювання хлороформ відкидають. Після цього додають 10 см³ розчину Б (дитизону) і струшують протягом 2 хв. Паралельно готують в тих самих умовах контрольний розчин, що містить усі реактиви, крім ртуті.

Після розділення фаз хлороформний шар відділяють і замірюють оптичну щільність на фотоелектроколориметрі у кюветі з товщиною поглинаючого світло шару розчину 0,5 см за світлофільтром 8.

Розчин порівняння — хлороформ.

Градувальний графік будують у координатах «оптична щільність — концентрація ртуті, мг».

6.10.2.3 Проведення аналізу

5 см³ аналізованої кислоти вміщують у стакан місткістю 100 см³ і додають води до 30 см³. Вміст склянки після охолодження повільно нейтралізують розчином аміаку до рН 4 за індикаторним папером, додають води до 50 см³, 5 см³ розчину трилону Б, 10 см³ буферного розчину, 1–3 см³ розчину гідроксиламіну. Через 10 хв розчин переносять у ділильну лійку місткістю 250 см³, додають 5 см³ хлороформу, перемішують і, після відстоювання, хлороформний шар відкидають.

Далі роблять, як записано в 6.10.2.2.

Для перевірки чистоти реактивів проводять контрольний досвід, для чого 50 см³ води вносять у ділильну лійку місткістю 250 см³, вводять 5 см³ трилону Б, 10 см³ буферного розчину, 1–3 см³ розчину гідроксиламіну. Через 10 хв додають 5 см³ хлороформу, перемішують 1 хв і, після відстоювання, хлороформний шар відкидають. Екстракцію та визначення ртуті проводять, як зазначено в 6.10.2.2.

6.10.2.4 Оброблення результатів

Масову частку ртуті X_6 у відсотках розраховують за формулою:

$$X_6 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 10^{-3}}{V \cdot \rho} \cdot 100, \quad (8)$$

де m_1 — маса ртуті в аналізованій пробі, знайденої за градуювальним графіком, мг;

m_2 — маса ртуті в контрольному досліді, мг;

V — об'єм соляної кислоти, взятої для аналізу, см³;

ρ — густина соляної кислоти, г/см³.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань, допустиме розходження між якими не повинно перевищувати $3 \cdot 10^{-5} \%$.

В разі розбіжностей в оцінці якості продукції масову частку ртуті визначають хімічним методом.

7 Транспортування та зберігання

7.1 Технічну синтетичну соляну кислоту згідно з правилами перевезення небезпечних вантажів транспортують:

— наливним способом у залізничні цистерни («Правила перевезки небезпечних грузов № 340», ч. 2, раздел 41);

ДСТУ 2904—94 (ГОСТ 857—91)

— упаковані у бочки та бутлі в ящиках — залізничним транспортом у критих вагонах повагонними відправленнями («Правила перевезки опасных грузов № 340», ч. 2, раздел 42).

— упаковану в контейнери, бочки, бутлі — автомобільним і водним транспортом.

7.2 Бочки та бутлі під час відвантаження пакетами формують на плоских дерев'яних піддонах згідно з ГОСТ 9557 відповідно до вимог ГОСТ 21650, ГОСТ 24537 та ГОСТ 26663.

Маса пакету не повинна перевищувати вантажопідйомності піддону.

У залізничному вагоні пакети встановлюють так, щоб місткість (вантажопідйомність) вагону була використана повністю.

7.3 Технічну синтетичну соляну кислоту зберігають у герметичних резервуарах виробника чи споживача, виготовлених з матеріалів, стійких до соляної кислоти.

Термін зберігання продукту необмежений.

ДОДАТОК А

(рекомендований)

МЕТОДИКА

вимірювання масової концентрації
хлористого водню у повітрі виробничих
приміщень

А.1 Призначення та галузь використання

Ця методика призначена для вимірювання масової концентрації хлористого водню у повітрі виробничих приміщень.

Методику виконано згідно з чинною нормативною документацією

Діапазон вимірювань — $(0,6-20)$ мг/м³.

Тривалість аналізу — 30 хв.

А.2 Метод вимірювання

Для вимірювання масової концентрації хлористого водню використовують фотоколориметричний метод аналізу, що ґрунтується на взаємодії хлориду з роданідом ртуті та утворенням забарвленого комплексу заліза з роданідом.

Умови фотометрування:

- довжина хвилі — (480 ± 5) нм;
- товщина поглинаючого світло шару — 10 мм.

А.3 Посуд, прилади та реактиви:

- ваги лабораторні загального призначення класів точності 2 і 4 згідно з ГОСТ 24104 з максимальними межами зважування 200 і 500 г;
- колориметр фотоелектричний типу КФХ чи іншого типу, що забезпечує залану чутливість і точність;
- колби 2-100 (500, 1000) згідно з ГОСТ 1770;
- піпетки 4,5-2-1 (2); 6,7-2-5 (10) згідно з ГОСТ 29169;
- пробірки градуйовані П-1-15-0,1 згідно з ГОСТ 1770;
- пробірки колориметричні плоскодонні з безбарвного скла висотою 120 мм внутрішнім діаметром 15 мм;
- поглинальні прилади з пористою пластиною № 2;
- азотна кислота згідно з ГОСТ 4461, х. ч.;
- залізоацетатний розчин згідно з чинною нормативною документацією, розчин з масовою концентрацією 61 г/дм³;
- ртуть роданиста, розчин в етиловому спирті масової частки 0,2 %;

— розчин хлоридів точної масової концентрації 1 мг/см^3 , приготований згідно з ГОСТ 4212, розведеним готують розчин хлоридів точної масової концентрації 10 мкг/см^3 ;

— спирт етиловий ректифікований технічний згідно з ГОСТ 18300, вищий сорт;

— вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.

А.4 Підготовка до виконання вимірювань

А.4.1 Готування розчину залізоамонійного галуру

Розчин залізоамонійного галуру масової концентрації 61 г/дм^3 готують таким чином: $61,00 \text{ г}$ залізоамонійного галуру вносять у колбу, доливають 100 см^3 води та 310 см^3 азотної кислоти, розчинюють і фільтрують через ліку з пористою скляною пластинкою № 4 у мірну колбу $2-1000-2$. Розчин у колбі доводять водою до позначки та перемішують.

А.4.2 Відбір проби повітря

Повітря із швидкістю $1 \text{ дм}^3/\text{хв}$ пропускають протягом $(15 \pm 3) \text{ хв}$ через два послідовно з'єднані поглинальні прилади з пористою пластинкою, що містять по 10 см^3 дистильованої води. Поглинальні розчини кількісно переносять у градувальні пробірки, доводять об'єм водою до 15 см^3 і перемішують.

А.4.3 Побудова градувального графіка

У колориметричні пробірки вміщують $0; 0,3; 0,6; 0,9; 1,2; 1,5; 2,0 \text{ см}^3$ розчину хлоридів точної масової концентрації 10 мкг/см^3 , що відповідає $0; 3; 6; 9; 12; 20 \text{ мкг}$ хлоридів, доводять водою об'єм до 5 см^3 , доливають по $0,5 \text{ см}^3$ розчину залізоамонійного галуру та $0,4 \text{ см}^3$ розчину роданіду і перемішують. Через 10 хв вимірюють оптичну щільність градувальних розчинів на фотоелектроколориметрі за довжини хвилі $(480 \pm 5) \text{ нм}$ та товщини поглинаючого світло шару 10 мм по відношенню до розчину, що не містить хлориди.

За одержаними даними будують градувальний графік, відкладаючи на осі абсцис введені в градувальні розчини маси хлоридів у мкг , а на осі ординат — відповідні їм значення оптичних щільностей.

Градувальні розчини, приготовані одночасно з пробами, можуть бути використані для візуального визначення. Розчини стійкі протягом 1 год .

А.5 Виконання вимірювань

У колориметричні пробірки вміщують $1-5 \text{ см}^3$ аналізованого розчину з першого поглинального приладу і 5 см^3 аналізованого розчину з другого поглинального приладу, в разі необхідності доводять об'єм водою до 5 см^3 , доливають по $0,5 \text{ см}^3$ розчину залізоамонійного галуру і $0,4 \text{ см}^3$ розчину роданіду ртуті. Далі роблять, як описано в А.4.3. Одночасно

готують контрольний розчин на реактиви. Для цього в колориметричну пробірку вмішують 5 см³ води, 0,5 см³ розчину залізоамонійного галуни і роблять далі, як описано в А.4.3. Через 10 кв замірюють оптичні щільності аналізованих розчинів по відношенню до контрольного розчину на реактиви і за градуювальним графіком знаходять маси хлоридів в аналізованих розчинах у мкг.

А.6 Оброблення результатів вимірювань

Масову концентрацію хлористого водню X у повітрі в мг/дм³ об. ис-люють за формулою:

$$X = \frac{a \cdot 15 \cdot 1,028}{V \cdot V_0} + \frac{a \cdot 15 \cdot 1,028}{5 \cdot V_0}, \quad (\text{А } 1)$$

або за такою формулою:

$$\frac{(\frac{a_1}{V} + \frac{a_2}{5}) \cdot 15 \cdot 1,028}{V_0}, \quad (\text{А } 2)$$

де a_1 та a_2 — маси хлоридів в аналізованих розчинах (відповідно в першому і другому поглинальних приладах), знайдені за градуювальним графіком, мкг;

1,028 — коефіцієнт перерахування на хлористий водень;

V_1 — об'єм аналізованого розчину першого поглинального приладу, взятий для аналізу, см³;

V_0 — об'єм повітря в дм³, відібраний для аналізу та приведен-ний до стандартних умов за формулою:

$$V_0 = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101,33}, \quad (\text{А.3})$$

де V_t — об'єм повітря, відібраний для аналізу, дм³;

P — барометричний тиск під час відбирання проби, кПа;

t° — температура повітря під час відбирання проби, °С
(101,33 кПа = 760 мм рт. ст.).

ДОДАТОК Б

(рекомендований)

МІЖНАРОДНИЙ СТАНДАРТ

Міжнародна організація
з стандартизації
905-1976 (Е)

Соляна кислота для використання
в промисловості; оцінювання концентрації
соляної кислоти шляхом вимірювання густини

Б.1 Галузь використання

Цей міжнародний стандарт подає метод приблизного оцінювання концентрації соляної кислоти (HCl) шляхом вимірювання густини соляної кислоти для використання в промисловості.

Б.2 Принцип

Визначення густини при 20 °C за допомогою ареометру.

Оцінювання відповідної концентрації соляної кислоти (HCl).

Б.3 Апаратура

Звичайна лабораторна апаратура.

Б.3.1 Ареометр, градуирований через 0,005 г/мл, калібрований при 20 °C (див. Міжнародна організація з стандартизації (R 649))

Б.3.2 Скляна пробірка місткістю не меншою ніж 500 мл, діаметром, більшим за діаметр ареометру не менше ніж 25 мм, і висотою, більшою за рівень занурення ареометру, не менше ніж на 25 мм.

Б.4 Методика

Б.4.1 Визначення густини

Ллести приблизно 500 мл досліджуваної проби в скляну пробірку (3.2). Відрегулювати температуру проби в пробірці до 20 ± 5 °C. Занурити ареометр (3.1) і, як тільки досягнуто статичної рівноваги, знову упевнитись, що температура кислоти $20 \pm 0,5$ °C. Визначити густину, що зазначено на шкалі ареометру.

Б.4.2 Оцінювання вмісту соляної кислоти (HCl)

Взяти з таблиці концентрацію, що відповідає густині, зазначеній ареометром.

Таблиця Б.1 — Співвідношення густини та концентрації розчинів соляної кислоти

Густина при 20 °С, г/мл	HCl, %, м/м	Густина при 20 °С г/мл	HCl, %, м/м
1,000	0,4	1,105	21,4
1,005	1,4	1,110	22,3
1,010	2,4	1,115	23,3
1,015	3,4	1,120	24,3
1,020	4,4	1,125	25,2
1,025	5,4	1,130	26,2
1,030	6,4	1,135	27,2
1,035	7,5	1,140	28,2
1,040	8,5	1,145	29,2
1,0	9,5	1,150	30,2
1,050	10,5	1,155	31,2
1,055	11,5	1,160	32,2
1,060	12,5	1,165	33,2
1,065	13,5	1,170	34,2
1,070	14,5	1,175	35,2
1,075	15,5	1,180	36,2
1,080	16,5	1,185	37,3
1,085	17,4	1,190	38,3
1,090	18,4	1,195	39,4
1,095	19,4	1,198	40,0
1,100	20,4		

Значення насичення при 20 °С

Примітка. Дані, зазначені в таблиці, отримані шляхом графічної інтерполяції даних, представлених у Міжнародному довіднику фізичних, хімічних і технологічних величин, т. 3, стор. 54, заокруглених до першого десяткового знаку.

Б.5 Вираження результатів

Констатувати густину, визначену на шкалі ареометру в грамах на міліметр і відповідну концентрацію соляної кислоти, взятую з таблиці.

ДСТУ 2904—94 (ГОСТ 857—95)

УДК 661.419 006.354

Л12

Ключові слова. кисть ата соляна технічна, хлористий водень, технічні вимоги, приймання, вимоги без чеки, масова частка, результат аналізу, транспортування

71 ХИМИЧЕСКАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ

71.060.30

к ГОСТ 857-95 Кислота соляная синтетическая техническая. Технические условия (см. Издание 1996 г., Переиздание. Июль 2000 г.; Переиздание. Ноябрь 2002 г.; Переиздание. Ноябрь 2005 г.)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 6.6.5. Формула (3)	$X_1 = \frac{m_1 \cdot 10^{-6} \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_1}$	$X_1 = \frac{m_1 \cdot 10^{-6} \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1}$

(ИУС № 9 2006 г.) (ИПС № 9-2006)