ГОСТ 2184—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА СЕРНАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.25:006.354 Группа Л12

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА СЕРНАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Технические условия

Sulphuric acid for industrial use.
Specifications

ГОСТ 2184—77

МКС 71.060.30
ОКП 21 2110, 21 2120

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт распространяется на техническую серную кислоту следующих видов: контактную (улучшенную и техническую); олеум (улучшенный и технический); башенную и регенерированную.

Техническая серная кислота предназначается для производства удобрений, искусственного волокна, капролактама, двуокиси титана, этилового спирта, анилиновых красителей и целого ряда других производств.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Серная кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям серная кислота должна соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма						
	Контактная			Олеум		Башенная	Регенерированная
	улучшенная	техническая		улучшенный	технический		
		1-й сорт	2-й сорт				
1. **Исключен (Изм. № 3).**							
2. Массовая доля моногидрата (H_2SO_4), %	92,5—94,0	Не менее 92,5		Не нормируется		Не менее 75	Не менее 91
3. Массовая доля свободного серного ангидрида (SO_3), %, не менее	—	—	—	24	19	—	—
4. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,006	0,02	0,1	0,006	Не нормируется	0,05	0,2
5. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,02	0,05	Не нормируется	0,02	То же	0,3	0,4

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2006
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма						
	Контактная			Олеум		Башенная	Регенерированная
	улучшенная	техническая		улучшенный	технический		
		1-й сорт	2-й сорт				
6. Массовая доля окислов азота (N_2O_3), %, не более	0,00005	Не нормируется		0,0002	Не нормируется	0,05	0,01
7. Массовая доля нитросоединений, %, не более	Не нормируется						0,2
8. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00008	Не нормируется		0,00008	Не нормируется		
9. Массовая доля хлористых соединений (Cl), %, не более	0,0001	Не нормируется					
10. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,001	Не нормируется		0,0001	Не нормируется		
11. Прозрачность	Прозрачная без разбавления	Не нормируется					
12. Цвет, $см^3$ раствора сравнения, не более	1	6		Не нормируется			

Примечания:

1. **(Исключено, Изм. № 1).**

2. В период с 1 ноября по 15 апреля предприятия-изготовители, не снабжающие юг Украины, Крым, Молдавию, Кавказ, республики Средней Азии, кроме Казахстана, и другие аналогичные по климатическим условиям районы, должны поставлять контактную техническую серную кислоту с массовой долей моногидрата не более 94,0 %, башенную серную кислоту с массовой долей моногидрата 74,5—75,5 %.

3. В период с 15 апреля по 1 ноября разрешается поставлять контактную техническую и регенерированную серные кислоты, производимые способом мокрого катализа, с массовой долей моногидрата не менее 90 %.

4. По согласованию с потребителем разрешается поставлять улучшенную и техническую серные кислоты с массовой долей моногидрата до 98 %.

5. По требованию потребителей улучшенный олеум, предназначенный для производства капролактама, должен поставляться с массовой долей свободного серного ангидрида не менее 19 %.

6. Серная кислота, предназначенная для медицинской промышленности, должна выдерживать испытание по п. 3.15 на массовую долю нитратного азота (N_2O_5).

7. По требованию потребителей в серной кислоте нормируется массовая доля меди и селена, норма для меди не должна быть более 0,0005%, для селена — устанавливается по согласованию с потребителем.

8. По согласованию с потребителем допускается изготовлять улучшенную серную кислоту с массовой долей окислов азота не более 0,0005 %. Данное примечание не распространяется на предприятия по производству химических волокон.

9. По согласованию с потребителем в период с 15 апреля по 1 ноября допускается в улучшенной серной кислоте массовая доля железа не более 0,007 %.

10. Допускается в контактной технической серной кислоте 1-го сорта, вырабатываемой на установках, в которых в качестве сырья используются кислые гудроны комплекса «Парекс», цвет, имеющий оттенок от розового до фиолетового.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3, 4).

1.3. Коды ОКП технической серной кислоты приведены в табл. 1а.

Таблица 1а

Вид кислоты	Код ОКП	Вид кислоты	Код ОКП
Контактная:		Олеум:	
улучшенная	21 2111 0100	улучшенный	21 2111 0600
техническая:	21 2111 0300	технический	21 2111 0650
1-го сорта	21 2111 0330	Башенная	21 2112 0100
2-го сорта	21 2111 0340	Регенерированная	21 2129 0700

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Серная кислота принимается партиями. Партией считают количество продукта, однородного по своим качественным показателям, сопровождаемого одним документом о качестве. При отгрузке продукции в цистернах или контейнерах за партию принимают не более 10 цистерн или контейнеров, а для контактной улучшенной кислоты и улучшенного олеума — не более одной цистерны или одного контейнера. Размер партии при отгрузке продукции в бочках — не более 20 т. При транспортировании серной кислоты по трубопроводу партией считают сменную выработку.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и (или) его товарный знак;

наименование продукта, его вид, марку и сорт;

обозначение настоящего стандарта;

номер партии;

номер цистерны, контейнера;

дату отгрузки;

массу нетто;

результаты анализа или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;

подпись или штамп технического контроля.

Допускается готовой продукцией считать серную кислоту, залитую в емкости на складе и принятую в установленном порядке техническим контролем предприятия-изготовителя и госприемкой.

Допускается результаты анализа качества серной кислоты, находящейся в емкости на складе изготовителя, распространять на все формируемые из нее партии.

2.2. Для контроля качества серной кислоты пробу отбирают от каждой цистерны, контейнера, резервуара или 5 % бочек, но не менее трех при партиях менее 60 бочек.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенном количестве проб, взятых от той же партии (для цистерн, контейнеров и резервуаров) или на удвоенной выборке (для бочек). Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

2.4. Определение свинца изготовитель проводит по требованию потребителя, определение хлора, окислов азота и нитросоединений — не реже одного раза в квартал.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.5. На предприятиях-изготовителях, работающих на природной и газовой сере по ГОСТ 127.1 — ГОСТ 127.5 и сероводороде, содержание мышьяка, хлористых соединений, селена и меди не определяется.

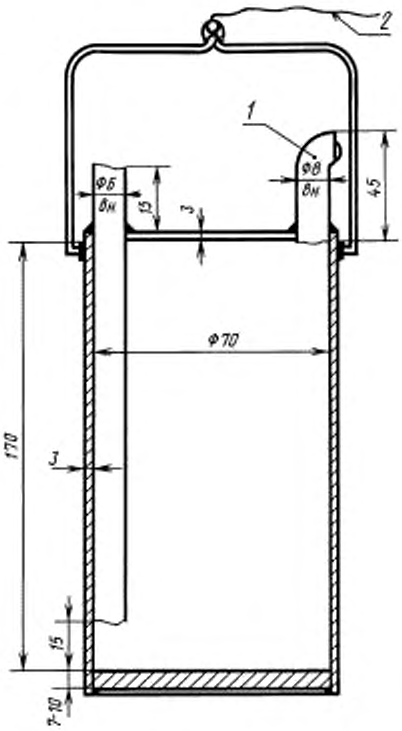
3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

Точечные пробы из каждой цистерны, контейнера или резервуара отбирают пробоотборником из нержавеющей стали 10Х17Н13М2Т (черт. 1) или другого кислотостойкого материала, не ухудшающего качество отбираемой серной кислоты, прикрепленным к цепи или тросику, изготовленным из кислотостойкой стали, медленно погружая его до дна.

Точечные пробы из бочек отбирают стеклянной трубкой (с резиновой грушей), достигающей до дна бочки.

Пробоотборник



1 — носок для слива; *2* — цепь

Черт. 1

Отбор проб олеума у потребителя должен производиться после разогрева цистерны при температуре воздуха ниже 0 °С для технического олеума и ниже +10 °С — для улучшенного олеума.

Объем точечной пробы — не менее 0,5 дм^3.

При транспортировании олеума по трубопроводу пробу отбирают не реже одного раза в смену во время перекачки в стеклянную сухую банку с притертой пробкой из точки, смонтированной на нагнетательном трубопроводе.

Отобранные точечные пробы сливают в герметически закрывающуюся емкость из нержавеющей стали или другого кислотостойкого материала, не ухудшающего качество серной кислоты. Полученную пробу тщательно перемешивают стеклянной палочкой и отбирают среднюю пробу объемом не менее 0,5 дм^3 в стеклянную чистую сухую склянку вместимостью 0,5—1,0 дм^3 с притертой стеклянной пробкой.

На склянку наклеивают этикетку с обозначением: наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы; допускается нанесение их непосредственно на склянку.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Общие требования

3.2.1. *Реактивы, растворы, посуда*

Реактивы квалификации не ниже ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, нейтрализованная по метиловому красному.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Цилиндры, мензурки, колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Бюретки, пипетки 2-го класса точности; допускается использование стеклянных мер аналогичного типа.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* 2-го и 4-го классов точности.

Набор гирь по ГОСТ 7328.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 или аналогичная.

Бумага универсальная индикаторная для определения pH раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3.3. **(Исключен, Изм. № 4).**

3.4. Определение массовой доли моногидрата

3.4.1а. *Сущность метода*

Метод основан на титровании пробы серной кислоты раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора метилового красного.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.4.1. *Реактивы, растворы, посуда и приборы*

Кислота янтарная по ГОСТ 6341.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Фенолфталеин, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Метиловый красный (индикатор); готовят по ГОСТ 4919.1.

Поглотитель химический известковый ХП-И по ГОСТ 6755.

Аскарит или другой поглотитель, обеспечивающий защиту от двуокиси углерода.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.); готовят следующим образом: по ГОСТ 25794.1 готовят раствор с массовой долей гидроокиси натрия 50 %. Прозрачный раствор сливают сифоном и определяют его концентрацию с помощью ареометра. Затем вычисляют необходимое количество полученного раствора для приготовления 0,5 н. раствора. Концентрированный раствор гидроокиси натрия в количестве, найденном расчетом, медленно, по стенкам, во избежание сильного разбрызгивания, наливают в колбу из термостойкого стекла, в которую предварительно налита вода, прокипяченная в течение 15 мин. Колбу закрывают пробкой, снабженной трубкой, заполненной известковым химическим поглотителем, и охлаждают.

Бюретка 4-2-50 или 3-2-50-0,1 должна быть поверена по ГОСТ 8.234 с интервалом 5 см^3.

Ареометр АОН-1 1480-1540 по ГОСТ 18481 или аналогичный.

Эксикатор.

Видоизмененная пипетка Лунге-Рея, стаканчик для взвешивания или стеклянная ампула вместимостью 2—3 см^3 с длинным капилляром.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

Колба с тубусом.

Сушильный электрический шкаф типа СНОЛ-2,5 2,5 2,5/2,5 или аналогичный.

Газовая горелка для запаивания ампул.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4.2. *Подготовка к анализу*

Перекристаллизацию янтарной кислоты проводят следующим образом: 100 г янтарной кислоты взвешивают с точностью до первого десятичного знака и растворяют при кипячении в 170 см^3 воды. Горячий раствор быстро фильтруют на воронке с обрезанным носиком через фильтровальную бумагу и охлаждают при непрерывном перемешивании. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера и повторно перекристаллизовывают, растворяя при кипячении в 140 см^3 воды. Полученные кристаллы янтарной кислоты высушивают в сушильном шкафу при температуре (100,0±2,5) °С до постоянной массы. Перекристаллизацию щавелевой кислоты проводят следующим образом: 50 г щавелевой кислоты взвешивают с точностью до первого десятичного знака и растворяют при кипячении в 85 см^3 воды. Горячий раствор быстро фильтруют на воронке с обрезанным носиком через фильтровальную бумагу и охлаждают, непрерывно перемешивая. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера и повторно перекристаллизовывают, растворяя при кипячении в 70 см^3 воды. Затем раствор охлаждают, непрерывно перемешивая. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера, отжимают между листами фильтровальной бумаги и высушивают на воздухе в течение 30 мин (кристаллы не должны прилипать к стеклянной палочке). Кристаллы щавелевой кислоты переносят, рассыпая тонким слоем, в чашку Петри, помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре (100,0±2,5) °С в течение 3 ч, периодически перемешивая. Далее чашку Петри с кристаллами щавелевой кислоты помещают в эксикатор с водой, где выдерживают не менее 2 сут. Крышка эксикатора должна быть закрыта негерметично (между крышкой и эксикатором прокладывают фильтровальную бумагу толщиной в 2—4 сложения). Полученные кристаллы гидрата щавелевой кислоты хранят в стеклянной банке с притертой пробкой. Препарат устойчив в течение месяца.

1 г янтарной или щавелевой кислоты взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака и растворяют, нагревая до кипения, в 50 см^3 воды, не содержащей углекислоты.

Раствор титруют в горячем состоянии гидроокисью натрия в присутствии фенолфталеина до неисчезающего в течение 50—60 с розового окрашивания.

Поправочный коэффициент (K) 0,5 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{V \cdot a},$$

где m — масса навески установочного вещества, г;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование, см^3;

a — масса установочного вещества, соответствующая 1 см^3 точно 0,5 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, г.

Для янтарной кислоты a = 0,02952 г, щавелевой a = 0,03152 г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0010 %.

Поправочный коэффициент рассчитывают как среднее арифметическое результатов трех па-

раллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 0,0010.

В случае возникновения разногласий при определении массовой доли моногидрата определение поправочного коэффициента гидроокиси натрия проводят по щавелевой кислоте.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4.3. *Проведение анализа*

Навеску пробы серной кислоты массой 0,7—1,0 г взвешивают в видоизмененной пипетке Лунге-Рея, в бюксе, ампуле или в стаканчике, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, в которую предварительно налито 50 см^3 воды, нейтрализованной по метиловому красному, и титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии метилового красного до перехода красной окраски раствора в желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4.4. Массовую долю моногидрата (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,02452 \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,5 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см^3;

0,02452 — масса серной кислоты, соответствующая 1 см^3 точно 0,5 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, г;

K — коэффициент поправки 0,5 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия;

m — масса навески анализируемой кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности P=0,95 не должно превышать 0,4 %.

3.4.1—3.4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.5. Определение массовой доли свободного серного ангидрида

3.5.1а. *Сущность метода*

Метод основан на титровании пробы олеума раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора метилового красного.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.5.1. Реактивы и растворы — по п. 3.4.1.

3.5.2. *Проведение анализа*

Стеклянную ампулу вместимостью 2—3 см^3 с длинным капилляром взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Шарик ампулы слегка нагревают и конец капилляра быстро погружают в олеум. Набрав около 1 г олеума, наружную поверхность капилляра тщательно вытирают и капилляр запаивают. После охлаждения в эксикаторе ампулу с олеумом взвешивают.

В стеклянную банку или толстостенную термостойкую коническую колбу вместимостью 250—500 см^3 наливают около 150 см^3 воды, помещают в нее несколько стеклянных бусин, опускают взвешенную ампулу с олеумом и плотно закрывают банку пробкой. Энергичным встряхиванием банки разбивают ампулу и встряхивают банку до полного поглощения тумана водой. Кусочки капилляра и ампулы раздавливают стеклянной палочкой. Пробку, горло банки и стеклянную палочку ополаскивают водой в ту же банку. Содержимое банки титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии метилового красного до перехода красной окраски раствора в желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю общего серного ангидрида (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0,02001 \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,5 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см^3;

0,02001 — масса серного ангидрида, соответствующая 1 см^3 0,5 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, г;

m — масса навески анализируемого олеума, г;

K — коэффициент поправки 0,5 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия.

Массовую долю свободного серного ангидрида (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = 100 - \frac{(100 - X_1) \cdot 98{,}08}{18{,}02},$$

где X_1 — массовая доля общего серного ангидрида, %;

98,08 — молекулярная масса серной кислоты;

18,02 — молекулярная масса воды.

Допускается определение массовой доли свободного серного ангидрида по таблице (приложение).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 0,5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.6. Определение массовой доли железа

3.6.1а. *Сущность метода*

Метод основан на образовании ионами железа II и III в аммиачной среде с сульфосалициловой кислотой комплексов, окрашенных в желтый цвет и имеющих одинаковый коэффициент поглощения.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.6.1. *Реактивы, растворы, аппаратура*

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 30 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Квасцы железоаммонийные.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовой долей 10 % и 25 %.

Раствор железа, содержащий 1 мг Fe^{3+} в 1 см^3 раствора, готовят по ГОСТ 4212 (раствор А).

25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем раствора до метки раствором серной кислоты концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 и перемешивают (раствор Б); 1 см^3 раствора Б содержит 0,05 мг Fe^{3+} (раствор готовят в день его применения).

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-М или аналогичный прибор.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3.6.2. *Построение градуировочного графика*

3.6.2.1. В мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая наливают с помощью микробюретки 1; 2; 3; 4 и 5 см^3 раствора Б, что соответствует содержанию в них 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,25 мг железа. В колбы приливают по 2 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и 15 см^3 раствора аммиака с массовой долей 10 %. Раствор доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм при синем светофильтре, используя в качестве раствора сравнения раствор, содержащий все реактивы, кроме железа.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание железа в миллиграммах, а на оси ординат — оптическую плотность.

При переходе к работе с новыми реактивами градуировочный график необходимо проверить.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.6.3. *Проведение анализа*

Анализ проводят в соответствии с табл. 2.

Пробу серной кислоты отбирают пипеткой. Пробу олеума готовят следующим образом: в стакан наливают 8 см^3 концентрированной серной кислоты и пипеткой вносят 2 см^3 анализируемого олеума, раствор перемешивают и после охлаждения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, в которой налито 50 см^3 воды. После охлаждения объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

При определении железа в регенерированной серной кислоте используют остаток после прокаливания, полученный, как указано в п. 3.7.1, остаток растворяют при нагревании в 50 см^3 соляной кислоты. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Часть раствора фильтруют в сухую посуду через сухой фильтр.

Аликвотную часть подготовленного раствора серной кислоты или олеума переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и 15—20 см^3 раствора водного аммиака с массовой долей 10 % в случае анализа кислоты и с массовой долей 25 % — в случае анализа олеума (аммиак должен быть в избытке, поэтому количество его можно увеличить до появления запаха).

Раствор перемешивают, охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре в тех же условиях, что и для построения градуировочного графика.

Таблица 2

Условия проведения анализа	Кислота					Олеум	
	улучшенная	техническая		башенная	регенерированная	улучшенный	технический
		1-й сорт	2-й сорт				
Массовая доля железа (Fe), %	0,006	0,02	0,1	0,05	0,2	0,006	0,02
Навеска	10 см3 или 18,4 г	10 см^3 или 18,4 г	5 см^3 или 9,2 г	5 см^3 или 9,2 г	5 см^3 или 9,1 г	3,8 г или 2 см^3	3,8 г или 2 см3
Вместимость мерной колбы, см^3	100	100	250	100	500	100	100
Аликвотная часть, см^3	10	5	5	5	5	50	25
Количество Fe, вступающего в анализ, мг	0,11	0,18	0,18	0,23	0,18	0,11	0,19

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.6.4. *Обработка результатов*

Массовую долю железа (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m' \cdot V \cdot 100}{1000 \cdot V_1 \cdot m},$$

где m' — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см^3;

V_1 — аликвотная часть раствора, взятая для анализа, см^3;

m — масса навески кислоты или олеума, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,001 % при $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.7. Определение массовой доли остатка после прокаливания

3.7.1а. *Сущность метода*

Метод основан на выпаривании пробы серной кислоты или олеума и прокаливании остатка при температуре от 800 до 850 °С до постоянной массы.

3.7.1б. *Аппаратура*

Печь камерная для аналитических работ типа СНОЛ-1,6.2,5/11,0 или аналогичная.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147, чаша из прозрачного кварцевого стекла по ГОСТ 19908 или чашка плоскодонная платиновая по ГОСТ 6563.

3.7.1а, 3.7.1б. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

3.7.1. *Проведение анализа*

Перед анализом пробу серной кислоты или олеума тщательно перемешивают. Фарфоровую, кварцевую или платиновую чашку прокаливают до постоянной массы и взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Около 10 г (5—6 см^3) серной кислоты или олеума, предварительно отмеренных цилиндром, взвешивают с точностью до второго десятичного знака, причем кислоту взвешивают в чашке, а олеум — в пипетке Лунге-Рея или в бюксе с внешней крышкой.

Навеску кислоты или олеума выпаривают досуха на песчаной бане или электрической плитке с закрытой спиралью, после этого прокаливают в муфельной печи в течение 30 мин при 800—850 °С. Чашку с прокаленным остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7.2. *Обработка результатов*

Массовую долю прокаленного остатка (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса прокаленного остатка, г;

m — масса навески кислоты или олеума, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,007 % при $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.8. Определение массовой доли окислов азота

3.8.1а. *Сущность метода*

Метод основан на взаимодействии окислов азота с сульфаниламидом и получении азосоединения, образующего с гидробромидом N-этил-1-нафтиламином азокраситель малинового цвета, интенсивность окраски которого пропорциональна содержанию окислов азота.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.8.1. *Реактивы, растворы, аппаратура*

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор, разбавленный 1:1.

Сульфаниламид (стрептоцид белый, медицинский, порошок), раствор с массовой долей 0,2 %, хранят в темном месте.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

N-этил-1-нафтиламин гидробромид, спиртовый раствор с массовой долей 0,3 %, хранят в темном месте.

Раствор азотистокислого натрия готовят следующим образом: 0,1816 г азотистокислого натрия взвешивают, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают (раствор А).

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг N_2O_3.

10 см^3 раствора А разбавляют водой до объема 1 дм^3 и тщательно перемешивают (раствор Б).

1 см^3 раствора Б содержит 0,001 мг N_2O_3. Раствор Б готовят в день его применения.

10 см^3 раствора Б разбавляют водой до объема 100 см^3 и тщательно перемешивают (раствор В); 1 см^3 раствора В содержит 0,1 мкг N_2O_3. Раствор В готовят в день его применения.

Растворы сравнения готовят следующим образом: в цилиндры с притертой пробкой, одинаковые по цвету стекла и размеру, вместимостью 50 см^3, наливают, в случае анализа кислоты, — 5 см^3 воды, в случае анализа олеума, — 5 см^3 раствора серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:25. Затем добавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты, 5 см^3 раствора сульфаниламида, 1 см^3 N-этил 1-нафтиламина гидробромида и раствора Б: для улучшенной кислоты — 0,2 см^3, для улучшенного олеума — 0,2 см^3, для башенной кислоты — 20 см^3, для генерированной кислоты — 10 см^3. Для улучшенной серной кислоты, содержащей 0,0005 % N_2O_3, раствора Б берут 2 см^3.

Содержимое цилиндров доливают водой в случае улучшенной кислоты и олеума до 25 см^3, а в случае башенной и регенерированной кислот — до 50 см^3.

Полное развитие окраски достигается через 15 мин для кислоты и через 1 ч для олеума.

Растворы сравнения хранятся в темном месте в течение двух месяцев.

Фотоколориметр типа ФЭК-56М, КФК-2 или аналогичный прибор.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).

3.8.2а. *Построение градуировочного графика для массовых долей окислов азота от $5 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ %*

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 каждая наливают 5 см^3 воды (в случае анализа олеума — 5 см^3 раствора серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:25); 1 см^3 соляной кислоты, 5 см^3 раствора сульфаниламида, 1 см^3 раствора N-Этил-1-нафтиламина гидробромида и 0; 2; 4; 6; 8; 10 см^3 раствора В, что соответствует содержанию в них 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мкг окислов азота. Содержимое колб доливают водой до метки, перемешивают и оставляют стоять 45 мин (для олеума — 1ч) до полного развития окраски. Оптическую плотность полученных растворов относительно «холостой» пробы измеряют на фотоколориметре со светофильтром № 5 при λ = 490 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу окислов азота в микрограммах, а на оси ординат — соответствующие им оптические плотности.

3.8.2б. *Построение градуировочного графика для массовых долей окислов азота от $5 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ %*

В мерные колбы вместимостью 25 см³ каждая к реактивам, перечисленным в п. 3.8.2а, прибавляют 0; 2; 4; 6; 8; 10 см³ раствора Б, что соответствует 0; 2; 4; 6; 8; 10 мкг окислов азота. Далее поступают, как в п. 3.8.2а, только фотометрируют в кювете с толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.8.2а, 3.8.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

3.8.2. *Проведение анализа при визуальном определении*

Перед определением окислов азота из пробы серной кислоты отдувают двуокись серы следующим образом: 50—70 см³ анализируемой серной кислоты помещают в чистую сухую склянку Дрекселя и продувают в течение 30 мин воздухом, который предварительно пропускают через два поглотителя, заполненных серной кислотой и смесью пятиокиси фосфора с асбестом.

В мерную колбу вместимостью 500 см³ наливают 300—400 см³ воды и пипеткой, погружая конец ее в воду, вносят анализируемую серную кислоту: улучшенной кислоты — 10 см³, башенной — 1 см³, регенерированной — 5 см³. Раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Анализ улучшенного олеума проводят следующим образом: в стакан помещают 8 см³ серной кислоты и пипеткой, погружая ее конец в кислоту, вносят 2 см³ анализируемого олеума. Раствор перемешивают отбирают из него 5 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, в которую предварительно налито 70 см³ воды, перемешивают, охлаждают, доливают водой до метки и снова перемешивают.

Кислоты и олеум разбавляют непосредственно перед определением.

В цилиндр с притертой пробкой вместимостью 50 см³ наливают 5 см³ воды, 1 см³ раствора соляной кислоты, 5 см³ раствора сульфаниламида, 1 см³ N-этил-1-нафтиламина гидробромида и раствор анализируемой кислоты: улучшенной кислоты — 10 см³, олеума — 5 см³, башенной кислоты — 10 см³, регенерированной — 5 см³.

Содержимое цилиндров доливают водой до 25 см³, для улучшенной кислоты и олеума, для башенной и регенерированной кислот — до 50 см³. Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если появляющаяся через 15 мин для серной кислоты и через 1 ч для олеума окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного в тех же условиях и содержащего:

для улучшенной кислоты — 0,0002 мг N_2O_3;

для улучшенного олеума — 0,0002 мг N_2O_3;

для башенной кислоты — 0,02 мг N_2O_3;

для регенерированной кислоты — 0,01 мг N_2O_3.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3.8.3. *Проведение анализа при фотометрическом определении*

Перед анализом необходимо отдуть двуокись серы из пробы серной кислоты, как описано в п. 3.8.2.

В мерную колбу вместимостью 500 см³ наливают 300—400 см³ воды и пипеткой, погружая конец ее в воду, вносят анализируемую серную кислоту: улучшенной кислоты — 10 см³, башенной — 1 см³, регенерированной — 5 см³. Раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Анализ улучшенного олеума проводят следующим образом: в дрексель помещают 40 см³ серной кислоты и пипеткой, погружая ее конец в кислоту, вносят 10 см³ анализируемого олеума. Раствор отдувают, отбирают из него 5 см³ пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, в которую предварительно налито 70 см³ воды, перемешивают, охлаждают, доливают водой до метки и снова перемешивают.

Кислоту и олеум разбавляют непосредственно перед определением.

В мерную колбу вместимостью 25 см³ наливают все реактивы (см. п.3.8.2а), вносят раствор анализируемой серной кислоты: контактной улучшенной и олеума улучшенного — 10 см³, башенной и регенерированной — 5 см³. Содержимое колбы доливают водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют стоять до полного развития окраски (для кислоты — 45 мин, для олеума — 1 ч), после чего фотометрируют относительно «холостого» раствора, как описано в пп. 3.8.2а, 3.8.2б.

3.8.3.1. *Обработка результатов*

Массовую долю окислов азота (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 500 \cdot 10^{-6} \cdot 100}{V_1 \cdot V_2 \cdot \rho},$$

где m — масса окислов азота, найденная по градуировочному графику, мкг;

V_1 — объем пробы, взятой для фотометрирования, см³;

V_2 — объем пробы, взятой для анализа, см³;

ρ — плотность анализируемой кислоты при 20 °С, г/см³.

Примечание. Если анализируется серная кислота, полученная из серы по «короткой схеме», то отдувка двуокиси серы не требуется.

При разногласиях в оценке массовой доли окислов азота анализ проводят фотометрическим методом.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.9. Определение массовой доли нитросоединений

3.9.1а. *Сущность метода*

Метод основан на экстракции нитросоединений диэтиловым эфиром, его отгонке и определении нитросоединений весовым путем.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.9.1. *Применяемые реактивы, растворы, посуда и приборы*

Эфир этиловый.

Метиловый красный (индикатор); готовят по ГОСТ 4919.1.

Сушильный шкаф ШС-40М или другой аналогичный прибор.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.9.2. *Проведение анализа*

В делительную воронку наливают 50 см^3 воды и вносят 5 г анализируемой серной кислоты, взвешенной с точностью до третьего десятичного знака. Добавляют 30 см^3 этилового эфира и взбалтывают содержимое воронки. Оставляют в покое до расслаивания и сливают эфирный слой в стакан. В воронку добавляют еще 30 см^3 этилового эфира и экстрагирование повторяют. Эфирные вытяжки соединяют и промывают их водой до нейтральной реакции по метиловому красному. Отмытые эфирные вытяжки помещают в чистую сухую небольшую круглодонную колбу, предварительно взвешенную с точностью до третьего десятичного знака и соединяют с холодильником. Эфир отгоняют нагреванием на водяной бане. Колбу с остатком после выпаривания помещают в сушильный шкаф и сушат в течение 1 ч при (50,0±2,5) °С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.9.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нитросоединений (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса колбы с остатком, г;

m_2 — масса пустой колбы, г;

m — масса анализируемой кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01 % при $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.10. Определение массовой доли мышьяка

3.10.1а. *Сущность метода*

Метод основан на восстановлении мышьяка до мышьяковистого водорода, который улавливают бумагой, пропитанной раствором бромида ртути.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.10.1. *Реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,835 г/см^3 и раствор с массовой долей 10 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 25 %.

Цинк гранулированный.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор с массовой долей 5 %.

Метиловый красный (индикатор); готовят по ГОСТ 4919.1.

Вата гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Парафины нефтяные по ГОСТ 23683 или парафины для лабораторных целей.

Бумага бромнортутная; готовят по ГОСТ 4517.

Олово двухлористое, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973; раствор мышьяка, содержащий 0,1 мг As в 1 см^3 (раствор А); готовят следующим образом: 0,1320 г мышьяковистого ангидрида взвешивают, переносят в стакан, растворяют в 25 см^3 раствора гидроокиси натрия, нейтрализуют раствором серной кислоты с массовой долей 10 % в присутствии метилового красного. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, добавляют 10 см^3 серной кислоты плотностью 1,835 г/см^3, перемешивают и добавляют воду до метки. 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу

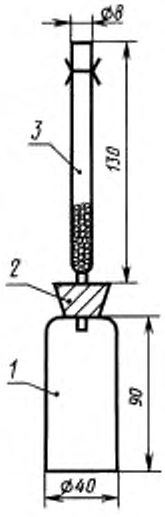
вместимостью 500 см³, добавляют воды до метки и перемешивают (раствор Б). Раствор Б, содержащий 0,002 мг As в 1 см³, готовят в день его применения.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.10.2. *Проведение анализа*

Мышьяк определяют в приборе (см. черт. 2), состоящем из склянки или конической колбы вместимостью 100 или 250 см³, в которую на резиновой пробке вставлена стеклянная трубка с отрезанной верхней частью.

Прибор для определения мышьяка



Черт. 2

В нижнюю часть трубки помещают тампон из ваты, предварительно смоченный раствором уксуснокислого свинца и отжатый почти досуха. Поверх этого тампона кладется еще небольшой кусочек сухой ваты, пропитанной раствором уксуснокислого свинца. На склянке на уровне 60 см³ нанесена метка.

На верхний срез трубки помещают квадрат бромнортутной бумаги и прижимают его отрезанной частью трубки с помощью резинок, одеваемых на стеклянные крючки. Края трубок должны быть отшлифованы.

В склянку прибора вливают 10 см³ воды, а затем 5 см³ анализируемой кислоты. Раствор кипятят в течение 5 мин, охлаждают и доводят водой до метки.

Анализ олеума проводят следующим образом: в сухой стакан вместимостью 50 см³ помещают с помощью градуированной пипетки 2,5 см³ серной кислоты плотностью 1,835 г/см³ и 2,5 см³ анализируемого олеума. Раствор перемешивают, охлаждают и переносят в склянку прибора, в которую предварительно налито 10 см³ воды. Стенки стаканчика обмывают водой, нейтральной по метиловому красному, и присоединяют к раствору промывные воды. Раствор кипятят в течение 5 мин, охлаждают и доводят водой до метки.

К полученным растворам добавляют 1 см³ раствора двухлористого олова, опускают 5—6 г гранулированного цинка и быстро закрывают пробкой, в которую вставлена заранее приготовленная трубка.

Через 1—1,5 ч снимают окрашенный квадрат бромнортутной бумаги, погружают его в расплавленный парафин и по охлаждении сравнивают с окраской бромнортутной бумаги раствора сравнения.

Бромнортутные бумаги растворов сравнения готовят в тех же условиях, в которых проводится анализ анализируемой кислоты, но вместо пробы кислоты в прибор помещают раствор Б в количестве, отвечающем тому или иному сорту.

Для каждого сорта кислоты делают 3 параллельных определения, из которых выбирают бумагу с наиболее равномерным распределением окраски. Эталонные бумажки парафинируют и хранят в темном месте. При применении новой партии гранулированного цинка эталонные бумажки готовят заново.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги от раствора сравнения, приготовленного в тех же условиях, содержащего 5 см³ серной кислоты плотностью 1,835 г/см³ и:

для улучшенной кислоты — 0,008 мг As;

для улучшенного олеума — 0,004 мг As.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3.11. Определение массовой доли хлористых соединений

3.11.1а. *Сущность метода*

Метод основан на визуальном определении хлоридов в виде хлоридов серебра при сравнении интенсивности помутнения раствора анализируемой кислоты со шкалой стандартов.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.11.1. *Реактивы и растворы*

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:10.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Раствор, содержащий 1 мг Cl в 1 см³; готовят по ГОСТ 4212 (раствор А).

10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают (раствор Б); 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг Cl (раствор готовят в день его применения).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.11.2. *Проведение анализа*

В цилиндр с притертой пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 50 см^3 воды и пипеткой вносят 10 см^3 анализируемой кислоты. Раствор охлаждают и приливают к нему 2 см^3 раствора азотной кислоты и 2 см^3 азотнокислого серебра. Объем раствора доводят водой до 100 см^3.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 15 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного в тех же условиях и содержащего:

для улучшенной кислоты — 0,02 мг Cl.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.12. Определение массовой доли свинца

3.12.1а. *Сущность метода*

Метод основан на полярографическом определении свинца на ртутном капельном электроде в солянокислом растворе по высоте волны с $E_{1/2}$ от минус 0,50 до минус 0,55 В относительно донной ртути.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.12.1. *Реактивы, растворы, приборы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор с массовой долей 1 %.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 0,5 %.

Аскорбиновая кислота (витамин С).

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Раствор свинца, содержащий 1 мг/см^3 (раствор А); готовят по ГОСТ 4212.

10 см^3 раствора А вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 соляной кислоты и водой доводят объем раствора до метки (раствор Б).

Раствор Б, содержащий 0,1 мг свинца в 1 см^3, готовят в день его применения.

Полярограф типа ЛП-7, ОН-102, ППТ-1 или аналогичного типа.

Раствор сравнения готовят следующим образом: для улучшенного олеума вносят в мерный цилиндр 1 см^3 раствора хлорного железа, 0,3 см^3 раствора Б, 5 см^3 соляной кислоты и водой доводят объем раствора до 15 см^3; для улучшенной серной кислоты вносят в мерный цилиндр 1 см^3 раствора хлорного железа, 1,0 см^3 раствора Б, 5 см^3 соляной кислоты и водой доводят объем раствора до 15 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.12.2. Проведение анализа

30 г (15,8 см^3) олеума или 10 г (5,5 см^3) кислоты взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака и помещают в кварцевую или фарфоровую чашечку вместимостью 40—50 см^3, выпаривают на песчаной бане или электроплитке до прекращения выделения паров серной кислоты. После охлаждения наливают 5 см^3 соляной кислоты, тщательно обмывают стенки чашечки и количественно переносят в мерный цилиндр вместимостью 20—25 см^3. Обмывают стенки чашечки 5 см^3 воды. Объем раствора доводят водой до 15 см^3, раствор перемешивают. Небольшой порцией раствора промывают ячейку, после чего переносят туда оставшуюся часть раствора, туда же вносят 3 капли раствора пищевого желатина и на кончике шпателя 0,1—0,15 г аскорбиновой кислоты, продувают раствор 3—5 мин азотом или вносят 3 г железа, восстановленного водородом, и через 15 мин снимают полярограмму от минус 0,2 до минус 0,6 В. Снимают три полярограммы.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если высота волны анализируемого раствора с потенциалом полуволны от минус 0,50 до минус 0,55 В не будет выше высоты волны раствора сравнения, в 15 см^3 которого содержится 0,03 и 0,1 мг свинца соответственно для улучшенного олеума и улучшенной серной кислоты. Высота волны растворов сравнения проверяется в случае изменения характеристики капилляра.

Полярограмму растворов сравнения снимают, как указано выше.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3.13. Определение прозрачности

3.13.1. Применяемая аппаратура

Прибор, в который входят:

мерный цилиндр 1—500 по ГОСТ 1770, на котором сделана метка, обозначающая высоту столба жидкости 270 мм;

матовое стекло размером 80×80 мм с нанесенными на нем тушью черными квадратами 5×5 мм, расположенными в шахматном порядке;

электрическая лампа мощностью 60 Вт с патроном и шнуром;

деревянная подставка или ящик, в котором помещена лампа с патроном. В верхней крышке сделан вырез, в котором укреплено матовое стекло с черными квадратами. Расстояние между стеклом и лампой не должно превышать 10 мм.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.13.2. *Проведение анализа*

Улучшенную серную кислоту наливают в мерный цилиндр прибора до метки. Мерный цилиндр устанавливают на матовое стекло с шахматными полями, под которым находится горящая электрическая лампа. Контуры шахматных полей наблюдают через слой кислоты. Кислоту считают соответствующей требованиям настоящего стандарта, если все контуры четко различимы.

3.14. Определение цвета

3.14.1. *Реактивы и растворы*

Аммиак водный по ГОСТ 3760, плотностью 0,91 г/см^3.

Натрий сернистый 9-водный по ГОСТ 2053, раствор с массовой долей 2 %.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 1 %.

Раствор сравнения; готовят следующим образом: 0,1831 г уксуснокислого свинца взвешивают, помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и растворяют в воде.

Если при этом раствор получается мутный, к нему добавляют несколько капель уксусной кислоты. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,1 мг свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.14.2. *Проведение анализа*

Берут три пробирки, одинаковые по размеру и цвету стекла. В одну пробирку помещают 20 см^3 анализируемой кислоты, в две другие — по 5 см^3 воды 3 см^3 раствора желатина, 2—3 капли раствора аммиака, 3 см^3 раствора сернистого натрия, а затем в одну пробирку добавляют 1 см^3, во вторую — 6 см^3 раствора сравнения, после чего объем растворов доливают водой до 20 см^3 и перемешивают. Кислоту считают соответствующей требованиям настоящего стандарта, если цвет анализируемого раствора не будет темнее раствора, содержащего 1 см^3 раствора сравнения — для улучшенной кислоты; 6 см^3 — для технической кислоты 1-го сорта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 4).

3.15. Определение нитратного азота N_2O_5

Около 1 см^3 анализируемой кислоты помещают в фарфоровую чашку, добавляют несколько кристаллов дифениламина (по НД) и 3—4 капли дистиллированной воды (ГОСТ 6709). Допускается бледно-голубая окраска.

3.16. Определение массовой доли меди

3.16.1а. *Сущность метода*

Метод основан на полярографическом определении меди в аммиачном растворе при pH 9 по высоте волны с $B_{1/2}$ от минус 0,25 до минус 0,30 В относительно донной ртути. Влияние железа устраняется введением аммиака.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.16.1. Реактивы, растворы, приборы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрий сернистокислый 7-водный по НД.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 0,5 %.

Железо хлорное по ГОСТ 4147.

Азот газообразный и жидкий по ГОСТ 9293.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Полярограф типа ЛП-7, ОП-102, ППТ-1 или аналогичного типа.

Медь электролитная, раствор; готовят следующим образом: 1 г меди помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и приливают 20 см^3 азотной кислоты. Раствор упаривают до объема 2—3 см^3, приливают 10 см^3 концентрированной соляной кислоты и вновь упаривают до 2—3 см^3. Упаривание с 10 см^3 соляной кислоты повторяют еще два раза. По охлаждении к остатку приливают 150 см^3 концентрированной соляной кислоты, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят объем до метки водой и тщательно перемешивают (раствор А).

10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, доводят объем раствора до метки (раствор Б).

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг меди.

Мерная посуда 2-го класса по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.16.2. *Проведение анализа*

10 см^3 серной кислоты помещают в кварцевую или фарфоровую чашку и упаривают на песчаной бане или электроплитке досуха (до прекращения выделения паров SO_3). К охлажденному остатку приливают 3 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют его при нагревании. Затем нейтрализуют аммиаком до полного выделения осадка гидроокиси железа и приливают еще 15 см^3 избытка раствора аммиака.

Раствор с осадком переносят в мерный цилиндр вместимостью 20—25 см^3, обмывают чашку водой, присоединяя промывные воды к содержимому цилиндра. Объем раствора доводят водой до 15 см^3, вносят 3—4 капли раствора желатина, приблизительно 0,3 г сульфита натрия (на кончике шпателя) и перемешивают палочкой. Часть раствора отфильтровывают или осторожно сливают осветленную часть в электролизер. Вместо добавления сульфита натрия для удаления кислорода из отфильтрованного раствора можно применять продувку азотом в течение 3—5 мин.

Полярографируют в интервале потенциалов от минус 0,2 до минус 0,7 В по отношению к донной ртути при выбранной чувствительности полярографа.

Раствор сравнения готовят следующим образом: в цилиндр вместимостью 20—25 см^3 вносят микробюреткой или микропипеткой 0,92 см^3 раствора Б, 2 см^3 хлорного железа, добавляют 3 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, нейтрализуют водным аммиаком до полного выделения осадка и приливают еще 1,5 см^3 избытка раствора водного аммиака. Затем проводят все операции с раствором и полярографирование его, как указано выше.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если высота волны с потенциалом полуволны от минус 0,25 до минус 0,35 В не превышает высоту волны раствора сравнения, содержащего 0,092 мг меди. Высота волны раствора сравнения проверяется в случае изменения характеристики капилляра.

3.17. Определение массовой доли селена

3.17.1а. Сущность метода

Метод основан на восстановлении селена (IV), предварительно выделенного на осадке гидроокиси железа аскорбиновой кислотой. Выделившийся элементный селен концентрируют на границе раздела водной и органической фаз в виде окрашенной в красный цвет пленки.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.17.1. *Реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, плотностью 0,91 г/см^3.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор с массовой долей 10 %.

Аскорбиновая кислота (витамин С), раствор с массовой долей 5 %.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006 или спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Раствор, содержащий 0,01 мг селена в 1 см^3; готовят по ГОСТ 4212 (раствор должен быть свежеприготовленным).

Кислота серная по ГОСТ 4204, не содержащая селена.

Отсутствие селена проверяют следующим образом: 55 см^3 (100 г) кислоты помещают в стакан вместимостью 600—800 см^3, куда предварительно налито 5 см^3 раствора хлорного железа и 150 см^3 воды, нейтрализуют водным аммиаком и далее ведут анализ по п. 3.17.2. Отсутствие заметной красноватой пленки селена на границе фаз указывает на отсутствие селена (при чувствительности определения 0,0001 %).

Цилиндры мерные с притертой пробкой вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.17.2. *Проведение анализа*

25 см^3 (46 г) анализируемой кислоты помещают в стакан вместимостью 300—400 см^3, куда предварительно налито 50 см^3 воды и 5 см^3 раствора хлорного железа. Стакан помещают в холодную водяную баню и осторожно, при непрерывном перемешивании, нейтрализуют раствор аммиаком до образования нерастворяющегося осадка гидроокиси железа, после этого приливают еще 10 см^3 раствора аммиака.

Раствор с осадком нагревают до кипения и в горячем состоянии отсасывают на воронке Бюхнера через двойной фильтр «синяя лента» диаметром 7—11 см, промывают 50—70 см^3 воды, фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют в 3,5 см^3 соляной кислоты, приливая ее по каплям из пипетки. Если 3,5 см^3 соляной кислоты недостаточно, то приливают еще 0,5—1,5 см3. Полученный раствор отсасывают, фильтр промывают 30—40 см^3 воды, промывные воды присоединяют к раствору. Раствор количественно переносят в стакан вместимостью 50—100 см^3 и приливают 6 см^3 раствора аскорбиновой кислоты. Через 30 мин обесцвеченный раствор помещают в делительную воронку вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 бутилового спирта и встряхивают смесь в

течение 1 мин. После расслоения нижний водный слой отбрасывают, а органическую фазу помещают в цилиндр с притертой пробкой, в которой предварительно налито 5 $см^3$ воды. Если при этом наблюдается помутнение одной из фаз, то цилиндр помещают в теплую (40—50 °С) водяную баню до исчезновения помутнения.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска пленки селена на границе фаз не будет интенсивнее окраски пленки селена раствора сравнения, приготовленного в тех же условиях, содержащего 25 $см^3$ серной кислоты и соответствующее количество селена.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Улучшенную серную кислоту транспортируют в железнодорожных цистернах из кислотостойкой стали с нанесением трафаретов «Улучшенная серная кислота», «Опасно», а также трафарета приписки. По согласованию с потребителем допускается транспортировать улучшенную серную кислоту по кислотопроводу из стали марки Ст3 по ГОСТ 380 или нержавеющей стали.

По согласованию с потребителем в период с 15 октября по 15 марта предприятиям-изготовителям, не снабжающим юг Украины, Крым, Молдавию, республики Средней Азии и юг Казахстана и другие аналогичные по климатическим условиям районы, и круглогодично предприятиям-изготовителям, расположенным в районах Урала (севернее Свердловска) и Крайнего Севера и снабжающим северные районы, допускается отгрузка улучшенной серной кислоты в сернокислых цистернах из стали марки Ст3 по ГОСТ 380.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.2. Техническую серную кислоту 1-го и 2-го сортов, башенную и регенерированную кислоты транспортируют в железнодорожных сернокислотных цистернах, а также в стальных контейнерах, стальных бочках по ГОСТ 6247 или поставляют потребителю перекачкой по кислотопроводу из стали марки Ст3 по ГОСТ 380.

4.3. Олеум транспортируют в специальных олеумных цистернах отправителя с утеплением или устройством для подогрева с нанесением трафаретов «Олеум» или «Олеум улучшенный», «Опасно», а также трафарета приписки. Допускается транспортировать олеум потребителю перекачкой по трубопроводу из стали 10Х18Н10Т.

По согласованию с потребителем в период с 1 мая по 1 сентября допускается транспортировать олеум в специальных сернокислотных цистернах.

4.2, 4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.4. **(Исключен, Изм. № 3).**

4.5. На бочки и контейнеры наносится транспортная маркировка по ГОСТ 14192. На бочки, контейнеры и цистерны наносится знак опасности по ГОСТ 19433, класс 8, подкласс 8.1, черт. 8, классификационный шифр 8111, серийный номер ООН 1830 (кроме регенерированной кислоты); для олеума — класс 8, подкласс 8.1, черт. 8 и 6а, классификационный шифр 8161, серийный номер ООН 1831.

Трафареты на цистерны заполняются в соответствии с правилами перевозки грузов.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.6. Техническую серную кислоту транспортируют железнодорожным транспортом в цистернах и автомобильным транспортом в контейнерах и бочках в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на каждом виде транспорта.

Заполнение цистерн, контейнеров и бочек рассчитывают с учетом полного использования их вместимости и объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.7. Техническая серная кислота 1-го и 2-го сортов, улучшенный и технический олеум, башенная и регенерированная кислоты должны храниться в емкостях из стали или спецстали, как нефутерованных, так и футерованных кислотоупорным кирпичом или кислотоустойчивым материалом.

Улучшенная серная кислота должна храниться у потребителя в чистых герметически закрытых емкостях из нержавеющей стали или емкостях из стали марки Ст3 по ГОСТ 380, футерованных кислотоупорными плиткой или кирпичом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие технической серной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

Гарантийный срок хранения серной кислоты — один месяц со дня изготовления.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Серная кислота техническая пожаро- и взрывобезопасна, при соприкосновении ее с водой происходит бурная реакция с большим выделением тепла, паров и газов.

6.2. Техническая серная кислота токсична. По степени воздействия на организм относится к веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

Предельно допустимая концентрация паров серной кислоты в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 1 мг/м3.

Работающие с серной кислотой должны быть обеспечены специальной одеждой и обувью, а также средствами индивидуальной защиты.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

Массовая доля серного ангидрида (SO_3) в олеуме, %

Общий SO_3	Свободный SO_3	Общий SO_3	Свободный SO_3	Общий SO_3	Свободный SO_3	Общий SO_3	Свободный SO_3	Общий SO_3	Свободный SO_3
83,47	10,0	84,09	13,4	84,72	16,8	85,36	20,3	85,98	23,7
83,48	10,1	84,11	13,5	84,73	16,9	85,38	20,4	86,00	23,8
83,50	10,2	84,13	13,6	84,75	17,0	85,40	20,5	86,02	23,9
83,52	10,3	84,15	13,7	84,77	17,1	85,41	20,6	86,04	24,0
83,54	10,4	84,16	13,8	84,79	17,2	85,43	20,7	86,06	24,1
83,56	10,5	84,18	13,9	84,81	17,3	85,45	20,8	86,08	24,2
83,58	10,6	84,20	14,0	84,83	17,4	85,47	20,9	86,09	24,3
83,60	10,7	84,22	14,1	84,84	17,5	85,49	21,0	86,11	24,4
83,61	10,8	84,24	14,2	84,86	17,6	85,51	21,1	86,13	24,5
83,63	10,9	84,26	14,3	84,88	17,7	85,52	21,2	86,15	24,6
83,65	11,0	84,27	14,4	84,90	17,8	85,54	21,3	86,17	24,7
83,67	11,1	84,29	14,5	84,92	17,9	85,56	21,4	86,19	24,8
83,69	11,2	84,31	14,6	84,94	18,0	85,58	21,5	86,20	24,9
83,71	11,3	84,33	14,7	84,95	18,1	85,60	21,6	86,22	25,0
83,72	11,4	84,35	14,8	84,97	18,2	85,62	21,7	86,24	25,1
83,74	11,5	84,37	14,9	84,99	18,3	85,63	21,8	86,26	25,2
83,76	11,6	84,39	15,0	85,01	18,4	85,65	21,9	86,28	25,3
83,78	11,7	84,40	15,1	85,03	18,5	85,67	22,0	86,30	25,4
83,80	11,8	84,42	15,2	85,05	18,6	85,69	22,1	86,31	25,5
83,82	11,9	84,44	15,3	85,06	18,7	85,71	22,2	86,33	25,6
83,83	12,0	84,46	15,4	85,08	18,8	85,73	22,3	86,35	25,7
83,85	12,1	84,48	15,5	85,10	18,9	85,74	22,4	86,37	25,8
83,87	12,2	84,50	15,6	85,12	19,0	85,76	22,5	86,39	25,9
83,89	12,3	84,51	15,7	85,14	19,1	85,78	22,6	86,41	26,0
83,91	12,4	84,53	15,8	85,16	19,2	85,80	22,7	86,42	26,1
83,93	12,5	84,55	15,9	85,18	19,3	85,82	22,8	86,44	26,2
83,94	12,6	84,57	16,0	85,19	19,4	85,84	22,9	86,46	26,3
83,96	12,7	84,59	16,1	85,21	19,5	85,85	23,0	86,48	26,4
83,98	12,8	84,61	16,2	85,23	19,6	85,87	23,1	86,50	26,5
84,00	12,9	84,62	16,3	85,25	19,7	85,89	23,2	86,52	26,6
84,02	13,0	84,64	16,4	85,27	19,8	85,91	23,3	86,53	26,7
84,04	13,1	84,66	16,5	85,29	19,9	85,93	23,4	86,54	26,8
84,05	13,2	84,68	16,6	85,30	20,0	85,95	23,5	86,57	26,9
84,07	13,3	84,70	16,7	85,32	20,1	85,96	23,6	86,58	27,0
—	—	—	—	85,34	20,2	—	—	—	—

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ*

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.М. Борисов, А.Я. Сырченков, Ю.В. Филатов, М.М. Шаров, П.М. Зайцев, Е.И. Макарова, С.Т. Мамаева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29.09.77 № 2345**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 2184—67, ГОСТ 5.556—70**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.234—77	3.4.1	ГОСТ 5556—81	3.10.1
ГОСТ 12.1.007—76	6.2	ГОСТ 5830—79	3.17.1
ГОСТ 127.1-93 —		ГОСТ 6006—78	3.17.1
ГОСТ 127.5-93	2.5	ГОСТ 6247—79	4.2
ГОСТ 380—94	4.1; 4.2; 4.7	ГОСТ 6341—75	3.4.1
ГОСТ 1027—67	3.10.1; 3.14.1	ГОСТ 6563—75	3.7.1б
ГОСТ 1277—75	3.11.1	ГОСТ 6709—72	3.2.1; 3.15
ГОСТ 1770—74	3.2.1; 3.13.1; 3.16.1; 3.17.1	ГОСТ 6755—88	3.4.1
ГОСТ 1973—77	3.10.1	ГОСТ 7328—2001	3.2.1
ГОСТ 2053—77	3.14.1	ГОСТ 9147—80	3.4.1; 3.7.1б
ГОСТ 3118—77	3.6.1; 3.8.1; 3.10.1; 3.12.1; 3.16.1; 3.17.1	ГОСТ 9293—74	3.12.1; 3.16.1
		ГОСТ 11293—89	3.12.1; 3.14.1; 3.16.1
ГОСТ 3760—79	3.6.1; 3.14.1; 3.16.1; 3.17.1	ГОСТ 12026—76	3.2.1
ГОСТ 4147—74	3.12.1; 3.16.1; 3.17.1	ГОСТ 14192—96	4.5
ГОСТ 4197—74	3.8.1	ГОСТ 18300—87	3.8.1
ГОСТ 4204—77	3.6.1; 3.8.1; 3.10.1; 3.17.1	ГОСТ 18481—81	3.4.1
ГОСТ 4212—76	3.6.1; 3.11.1; 3.12.1; 3.17.1	ГОСТ 19433—88	4.5
ГОСТ 4233—77	3.11.1	ГОСТ 19908—90	3.7.1б
ГОСТ 4236—77	3.12.1	ГОСТ 22180—76	3.4.1
ГОСТ 4328—77	3.4.1; 3.10.1	ГОСТ 23683—89	3.10.1
ГОСТ 4461—77	3.11.1; 3.16.1	ГОСТ 24104—88	3.2.1
ГОСТ 4478—78	3.6.1	ГОСТ 25336—82	3.2.1
ГОСТ 4517—87	3.2.1; 3.10.1	ГОСТ 25794.1—83	3.4.1
ГОСТ 4919.1—77	3.4.1; 3.9.1; 3.10.1		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)**

6. **ИЗДАНИЕ (октябрь 2006 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в апреле 1979 г., июле 1982 г., октябре 1987 г., июне 1990 г. (ИУС 6—79, 10—82, 1—88, 10—90)**

Переиздание (по состоянию на апрель 2008 г.)

* См. примечание ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» (с. 19).

ПРИМЕЧАНИЕ ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

Информационные данные. Ссылочные нормативно-технические документы:
ГОСТ 380—94 заменен на ГОСТ 380—2005;
ГОСТ 24104—88 заменен на ГОСТ 24104—2001.

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 16.06.2008. Формат 60 × 84$^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 2,79. Уч.-изд.л. 2,15. Тираж 97 экз. Зак. 785.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru