Вместо изм. 1 (лист 6-83г.)
2

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

МЕЛАНЖ КИСЛОТНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 1500—78

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

Исполнители: **В. С. Морозов, Л. И. Домашенко, В. А. Марченко, Д. М. Фишбейн, Л. Б. Гороход**

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член коллегии **В. Ф. Ростунов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 марта 1978 г. № 752

УДК 661.259 : 006.354 Группа Л12

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕЛАНЖ КИСЛОТНЫЙ

Технические условия

Witrous vitriol. Specification

ГОСТ 1500—78

Взамен ГОСТ 1500—68

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 марта 1978 г. № 752 срок действия установлен

с 01.01. 1979 г.
до 01.01. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на кислотный меланж, представляющий собой смесь азотной и серной кислот и применяемый для приготовления нитрующих смесей, полупродуктов и синтетических красителей, а также в производстве башенной серной кислоты.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Кислотный меланж должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям кислотный меланж должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Высший сорт	1-й сорт	2-й сорт
1. Массовая доля азотной кислоты, %, не менее	90,0	89,7	89,0
2. Массовая доля серной кислоты, %, не менее	7,5	7,5	7,5
3. Массовая доля окислов азота (N_2O_4), %, не более	0,3	0,3	0,3
4. Массовая доля прокаленного остатка, %, не более	0,02	0,04	0,05

Примечание. Для кислотного меланжа, получаемого из концентрированной азотной кислоты нитратмагниевых систем, установить содержание прокаленного остатка во 2-м сорте не более 0,08%.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

©Издательство стандартов, 1978

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Кислотный меланж принимают партиями. Партией считают любое количество однородного по своим показателям качества кислотного меланжа, оформленного одним документом о качестве.

2.2. Для контроля качества кислотного меланжа пробы отбирают от каждой цистерны.

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторный анализ на удвоенной выборке. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. Пробу из каждой цистерны отбирают через люк при помощи пробоотборника, представляющего собой цилиндр из материала, устойчивого к действию кислотного меланжа, с узким горлом или узкой щелью в крышке, медленным опусканием пробоотборника на всю глубину цистерны.

3.1.2. Отобранную пробу объемом не менее 0,25 л переносят в сухую стеклянную банку с притертой пробкой или стакан из нержавеющей стали с плотной крышкой. На банку с пробой прикрепляют кислотостойкую этикетку с обозначениями наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы или жетон с номером и с соответствующей записью в журнале.

3.2. Определение массовой доли азотной кислоты

3.2.1. *Реактивы и растворы*

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 1 н. раствор.

Метиловый красный (индикатор) по ГОСТ 5853—51, 0,2%-ный спиртовой раствор, готовят следующим образом: 0,12 г метилового красного растворяют при нагревании в 100 мл этилового спирта.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 2 г кислотного меланжа взвешивают в пипетке Лунге—Рея или в стеклянной ампуле с погрешностью не более 0,0002 г, навеску переносят в стеклянную банку или коническую колбу с притертой пробкой, содержащую 150—200 мл воды (при взятии навески ампулой, последнюю разбивают сильным встряхиванием банки, в которую заранее помещают кусочки битого стекла), прибавляют 2—3 капли индикатора и содержимое банки титруют рас-

твором гидроокиси натрия до перехода окраски раствора от красной к желтой.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю азотной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}06301 \cdot 100}{m} - (1{,}285\,X_1 + 1{,}370\,X_2),$$

где V — объем точно 1 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, мл;

m — масса анализируемой пробы, г;

X_1 — массовая доля серной кислоты, определяемая по п. 3.3, %;

X_2 — массовая доля окислов азота, определяемая по п. 3.4, %;

0,06301 — масса азотной кислоты, соответствующая 1 мл точно 1 н. раствора гидроокиси натрия, г;

1,285 — коэффициент пересчета серной кислоты на азотную кислоту;

1,370 — коэффициент пересчета четырехокиси азота на азотную кислоту.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2%.

3.3. Определение массовой доли серной кислоты

3.3.1. *Реактивы и растворы*

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 1 н. раствор. При установлении титра гидроокиси натрия применяют смешанный индикатор.

Формалин технический по ГОСТ 1625—75, 37%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Индикатор смешанный, готовят следующим образом: 0,12 г метилового красного по ГОСТ 5853—51 и 0,082 г метиленового голубого растворяют, каждый в 100 мл этилового спирта, и растворы смешивают.

Глицерин по ГОСТ 6259—75.

3.3.2. *Проведение анализа*

Около 5 г кислотного меланжа взвешивают в бюксе или пипетке Лунге—Рея с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в стакан вместимостью 200—250 мл и упаривают на водяной или паровой бане до маслянистого остатка. Для проверки полноты удаления азотной кислоты к остатку прибавляют по каплям раствор формалина до полного прекращения выделения бурых паров.

(Азотную кислоту допускается удалять обработкой анализируемой пробы раствором формалина, с последующим нагревом полученного раствора на водно-глицериновой бане с соотношением массовых долей воды и глицерина, равным 35 и 65% при 100—110°С в течение 15—20 мин). После охлаждения к содержимому стакана прибавляют 50—60 мл воды, 2 капли индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия до появления зеленой окраски.

3.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю серной кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}049 \cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 1 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, мл;

0,049 — масса серной кислоты, соответствующая 1 мл точно 1 н. раствора гидроокиси натрия, г;

m — масса анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2%.

3.4. Определение массовой доли окислов азота

3.4.1. *Реактивы и растворы*

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,1 н. раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 4.

Кислота метафосфорная по ГОСТ 841—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Железо сернокислое закисное по ГОСТ 4148—66, 0,1 н. раствор; готовят следующим образом: 28 г закисного сернокислого железа, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 400 мл серной кислоты в мерной колбе вместимостью 1 л, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Титр приготовленного раствора устанавливают по марганцовокислому калию следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 мл отбирают с помощью пипетки 20 мл раствора закисного сернокислого железа, приливают 3 мл фосфорной кислоты (фосфорная кислота связывает ионы Fe^{3+} в бесцветный комплекс, что способствует более четкому переходу окраски в точке эквивалентности) и титруют раствором марганцовокислого калия до розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Поправочный коэффициент раствора закисного сернокислого железа (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{20},$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора $KMnO_4$, израсходованный на титрование, мл;

20 — объем 0,1 н. раствора закисного сернокислого железа, взятый для титрования, мл.

Титр проверяют в день проведения определения.

3.4.2. *Проведение анализа*

Около 5 г кислотного меланжа взвешивают в ампуле или пипетке Лунге—Рея с погрешностью не более 0,0002 г и переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл или банку (при взятии навески ампулой) с притертой пробкой, в которую предварительно помещены 10 мл раствора марганцовокислого калия, 10 мл раствора серной кислоты, 100—150 мл воды.

При взятии навески ампулой ее разбивают, раствор тщательно перемешивают, следя за тем, чтобы поглотились все окислы азота. Затем титруют раствором закисного сернокислого железа до обесцвечивания, после этого прибавляют избыток (2—3 мл) закисного сернокислого железа, который оттитровывают тем же раствором марганцовокислого калия до розовой окраски.

3.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю окислов азота (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot 0{,}0046 \cdot 100}{m},$$

где V — суммарный объем точно 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, взятый для определения, мл;

V_1 — объем 0,1 н. раствора закисного сернокислого железа, израсходованный на титрование, мл;

K — поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора $FeSO_4$ к точно 0,1 н.;

0,0046 — масса N_2O_4, соответствующая 1 мл точно 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, г;

m — масса анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,04%.

3.5. Определение массовой доли прокаленного остатка

3.5.1. *Приборы и реактивы*

Эксикатор по ГОСТ 6371—73.

Печь электрическая с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 820±20°С.

3.5.2. *Проведение анализа*

Около 30 г кислотного меланжа взвешивают с погрешностью не более 0,01 г в бюксе и переносят в предварительно прокаленную до постоянной массы при температуре 820±20°С и охлажден-

ную в эксикаторе фарфоровую, кварцевую или платиновую чашку или тигель, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г. Осторожно выпаривают анализируемую пробу, не допуская разбрызгивания, сначала на водяной, а затем на песчаной бане до образования сухих остатков. Во время выпаривания, во избежание попадания посторонних веществ извне, над чашкой или тиглем помещают небольшую стеклянную воронку. Затем сухой остаток прокаливают в электрической печи до постоянной массы при температуре 820±20°С. После прокаливания чашку или тигель с остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

3.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю прокаленного остатка (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m — масса анализируемой пробы, г;

m_1 — масса чашки с прокаленным остатком, г;

m_2 — масса пустой чашки, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,005%.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Кислотный меланж транспортируют в чистых железнодорожных цистернах по ГОСТ 10674—75 из нержавеющей или углеродистой стали.

4.2. Наливные люки цистерн должны быть тщательно герметизированы прокладками из материала, стойкого к кислотному меланжу.

4.3. Перед заливом цистерн должен быть проведен анализ остатка кислотного меланжа на соответствие требованиям настоящего стандарта.

Если остаток соответствует требованиям настоящего стандарта, то цистерну заполняют кислотным меланжем, если остаток не соответствует требованиям настоящего стандарта, то цистерну промывают, пропаривают и сушат.

4.4. На цистернах несмываемой краской наносят обозначения: Опасно!», «Берегись ожога!», «Меланж кислотный».

4.5. К люку цистерны прикрепляют кислотостойкий ярлык со следующими обозначениями:

а) наименования продукта и его сорта;

б) номера партии (цистерны);

в) даты изготовления продукта;
г) массы брутто и нетто;
д) обозначения настоящего стандарта;
е) наименования предприятия-изготовителя или его товарного знака.

4.6. Каждая поставляемая партия кислотного меланжа должна сопровождаться документом о качестве.

Документ должен содержать:

а) наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;
б) наименование продукта и его сорт;
в) номер партии (цистерны) и дату изготовления;
г) массу брутто и нетто;
д) результаты проведенных анализов и подтверждение о соответствии партии кислотного меланжа требованиям настоящего стандарта;
е) обозначение настоящего стандарта.

4.7. Кислотный меланж транспортируют в железнодорожных цистернах в соответствии с правилами перевозок опасных грузов.

4.8. Кислотный меланж хранят в чистых емкостях из нержавеющей стали или емкостях из углеродистой стали с кислотостойкой футеровкой.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие кислотного меланжа требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных настоящим стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения кислотного меланжа — два месяца со дня изготовления.

По истечении указанного срока продукт перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Кислотный меланж — сильный окислитель. Неограниченно растворяется в воде. Плотность его 1,56 г/см^3.

6.2. Продукты термического разложения кислотного меланжа токсичны.

6.3. Кислотный меланж ядовит, вызывает тяжелые ожоги кожи и слизистых оболочек; пары раздражают дыхательные пути.

6.4. Кислотный меланж дымит на воздухе, выделяя окислы азота, которые образуют с влагой воздуха туман.

6.5. Окислы азота по токсичности относятся ко 2-му классу опасности по СН 245—71.

6.6. Предельно допустимая концентрация окислов азота (ПДК) в воздухе рабочей зоны производственных помещений 5 мг/м³ (в пересчете на N_2O_5).

6.7. В производстве кислотного меланжа для определения содержания вредных примесей в воздухе рабочей зоны должны применяться экспрессные методы газового анализа, основанные на цветной реакции определяемого вещества со специальным реагентом.

6.8. При работе с кислотным меланжем необходимо соблюдать меры предосторожности и использовать индивидуальные средства защиты: фильтрующий противогаз с коробкой марки В с фильтром для защиты от тумана кислоты; защитные очки с резиновой полумаской; кислотозащитные перчатки, кислотостойкие резиновые сапоги; специальную кислотозащитную одежду в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке.

6.9. Все рабочие помещения должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией.

6.10. При попадании кислотного меланжа на кожу необходимо оказать первую помощь — обильно промыть водой, затем сделать повязку с 2—3%-ным раствором соды и немедленно доставить пострадавшего в медицинский пункт.

6.11. При раздражении слизистой оболочки дыхательных путей необходимо пострадавшего вывести на свежий воздух, напоить теплым молоком, применить вдыхание кислорода и немедленно доставить пострадавшего в медицинский пункт.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. М. Смирнова*

Сдано в наб. 04.04.78 Подп. в печ. 29.05.78 0,625 п. л. 0,55 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 3 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 542

Группа Л12

Изменение № 1 ГОСТ 1500—78 Меланж кислотный. Технические условия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.02.83 № 857 срок введения установлен

с 01.07.83

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 21 2182.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: мл на $см^3$ л на $дм^3$.

Пункт 1.2. Таблица. Головку дополнить кодами: «для высшего сорта — ОКП 21 2182 0120, для 1-го сорта — ОКП 21 2182 0130, для 2-го сорта — ОКП 21 2182 0140».

Пункт 2.1 дополнить абзацами: «Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта и его сорт;

номер партии (цистерны) и дату изготовления;

массу нетто и брутто;

результаты проведенных анализов и подтверждение о соответствии партии кислотного меланжа требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта».

Пункт 2.3. Заменить слово: «выборке» на «пробе».

Пункт 3.2.2 после слов «битого стекла» изложить в новой редакции: «или в конической колбе с пробкой вместимостью 250 $см^3$ взвешивают около 75 $см^3$

(Продолжение см. стр. 178)

воды с погрешностью не более 0,0002 г, вводят пипеткой около 1,5 см³ меланжа и снова взвешивают с той же погрешностью. Пробку и горло колбы смывают водой в колбу, прибавляют 2—3 капли индикатора и содержимое банки или колбы титруют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски раствора от красной к желтой».

Пункты 3.2.3, 3.3.3, 3.4.3, 3.5.3. Последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности $P = 0,95$».

Пункт 3.3.1 после слов «и растворы смешивают» дополнить словами: «индикатор смешанный может быть приготовлен следующим образом: 0,1 %-ный раствор бромкрезолового зеленого (синего) в воде с добавлением 2,9 см³ 0,05 н. гидроокиси натрия на 100 см³ индикатора и 0,1 %-ный раствор ализаринового красного *S* в воде смешивают в соотношении 1:1. При титровании окраска раствора переходит от желтой к синей».

Пункт 3.4.1. Заменить ссылки и слова: «Кислота метафосфорная ГОСТ 841—76» на «Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80»; «Железо сернокислое закисное по ГОСТ 4148—66» на «Железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148—78».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.6: «3.6. Результаты анализов округляют по СТ СЭВ 543—77».

Пункт 4.1. Заменить ссылку: ГОСТ 10674—75 на ГОСТ 10674—82; после слов «по ГОСТ 10674—82» дополнить словами: «модель 15—1514».

Пункт 4.4 изложить в новой редакции: «4.4. Надписи на цистернах «Опасно», «Меланж», наносят в соответствии с правилами перевозок грузов».

Пункты 4.5, 4.6 исключить.

Пункт 5.1. Исключить слова: «установленных настоящим стандартом».

(Продолжение см. стр. 179)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1500—78)

Пункт 6.1 изложить в новой редакции: «6.1. Кислотный меланж — не-
чая пожароопасная жидкость. Сильный окислитель. Неограниченно
воряется в воде. Плотность его 1,56 г/см³. В определенных условиях

(Продолжение см. стр. 180)

нитрует органические вещества, резко повышая их пожароопасность. При контакте с многими горючими материалами вызывает их самовозгорание».

(ИУС № 6 1983 г.)

Группа Л12

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 1500—78 Меланж кислотный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.03.88 № 907

Дата введения 01.10.88

Раздел 1. Пункт 1.2. Таблицу изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма для сорта	
	Высший сорт Код ОКП 21 2182 0120	1-й сорт Код ОКП 21 2182 0130
1. Массовая доля азотной кислоты, %, не менее	90	89,3
2. Массовая доля серной кислоты, %, не менее	7,5	7,5
3. Массовая доля оксидов азота, (N_2O_4), %, не более	0,3	0,3
4. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,02	0,04

Примечание. Для кислотного меланжа 1-го сорта, получаемого по нитрат-магниевой схеме (с колоннами малого диаметра), допускается массовая доля остатка после прокаливания не более 0,05 %.

Пункт 2.2 изложить в новой редакции:

«2.2. Каждую партию продукта подвергают приемо-сдаточным испытаниям по ГОСТ 26964—86».

Стандарт дополнить разделом 2а (перед разделом 2):

«2а. Требования безопасности

2а.1. Кислотный меланж — негорючая пожароопасная жидкость. Сильный окислитель. Неограниченно растворяется в воде. Плотность — 1,56 г/см³.

В определенных условиях взаимодействует с органическими веществами, резко повышая их пожароопасность. При контакте с многими горючими веществами вызывает их самовозгорание.

2а.2. Продукты термического разложения кислотного меланжа токсичны.

2а.3. Кислотный меланж ядовит, вызывает тяжелые ожоги кожи и слизистых оболочек. Пары меланжа в 2,2 раза тяжелее воздуха и вызывают раздражение дыхательных путей.

2а.4. Кислотный меланж дымит на воздухе, выделяя оксиды азота, которые образуют с влагой воздуха туман.

2а.5. Оксиды азота по токсичности относятся к 3-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007—76.

2а.6. Предельно допустимая концентрация оксидов азота (ПДК) в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 2 мг/м³.

2а.7. Работающие с кислотным меланжем должны быть обеспечены специальной одеждой, специальной обувью и индивидуальными средствами защиты по действующим нормам.

2а.8. Производственные и лабораторные помещения, в которых проводится работа с кислотным меланжем, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией».

Пункт 3.2 дополнить абзацем (перед п. 3.2.1):

«Метод основан на измерении объема раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование суммы азотной и серной кислот в навеске меланжа».

Пункт 3.2.1 изложить в новой редакции:

«3.2.1. *Аппаратура и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения ВЛР-200 по ГОСТ 24104—88 или весы другого типа не ниже 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Колба 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Бюретка 3—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-1—250—24/29ТС по ГОСТ 25336—82.

Ампулы стеклянные лабораторные изготовления, шарикообразные, однорожковые или двухрожковые капиллярные вместимостью 6—7 г, или пипетка Лунге—Рея.

Горелка для запаивания ампул или спиртовка СЛ-1(СЛ-2) по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 4—2—2 или 5—2—2 по ГОСТ 20292—74.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор молярной концентрации точно *с* (NaOH) = 1 моль/дм³; готовят по п. 2.2.2 ГОСТ 25794.1—83.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор молярной концентрации *с* (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм³; готовят по п. 2.1.2 ГОСТ 25794.1—83; поправочный коэффициент устанавливают по ГОСТ 25794.1—83.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Цилиндр 1—100 (3—100) по ГОСТ 1770—74.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, предварительно прокаленный; готовят по ГОСТ 25794-83».

Пункт 3.2.2 изложить в новой редакции:

«3.2.2. *Проведение анализа*

1,8—3,0 г кислотного меланжа взвешивают в пипетке Лунге—Рея или в однорожковой ампуле, которую перед взвешиванием запаивают. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. С целью уменьшения термического разложения меланжа, допускается последний отбирать в двухрожковую ампулу вместимостью 5—7 см³ с двумя капиллярными рожками, расположенными под углом друг к другу со специальным устройством (см. чертеж).

Стеклянную ампулу *3* одним капиллярным концом *2* опускают в колбу *1* с меланжем. Второй капиллярный конец *4* ампулы *3* вставляют в отверстие фторопластового мундштука *5*, соединенного гибкой линией с устройством для создания разрежения (резиновая груша *9*) через вентиль *8* и стеклянный индикатор *6*.

Плавно открывают вентиль *8*, создают разрежение в ампуле *3* и меланж заполняет ее. Вентиль закрывают, ампулу поднимают и переворачивают капиллярными концами вверх, вынимают из мундштука и запаивают ее концы на горелке.

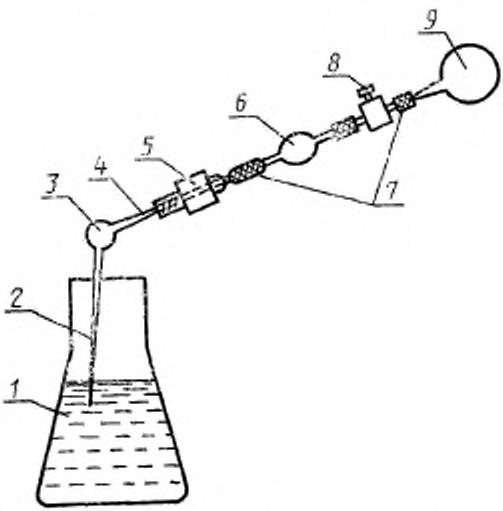
Для удобства грушу *9* закрепляют на стенке вытяжного шкафа, в котором выполняют работу.

Ампулу заполняют меланжем на 1/2 ее вместимости.

Навеску переносят в стеклянную банку или коническую колбу с притертой пробкой, содержащую 150—200 см³ воды (при взятии навески ампулой,

последнюю разбивают сильным встряхиванием банки, в которую заранее помещают кусочки битого стекла), или в коническую колбу с пробкой вместимостью 250 см³ взвешивают около 75 см³ воды с погрешностью не более 0,0002 г, вводят пипеткой около 1,5 см³ меланжа и снова взвешивают с той же погрешностью. Пробку и горло колбы смывают водой в колбу, прибавляют 2—3 капли индикатора и содержимое банки или колбы титруют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски раствора от красной к желтой».

Устройство для отбора проб агрессивных сред



1—колба с меланжем; *2, 4*—капиллярные концы ампулы; *3*—ампула; *5*—фторопластовый мундштук; *6*—спекдяный индикатор; *7*—гибкий шланг; *8*—вентиль, *9*—резиновая груша

Пункт 3.2.3. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции:

«V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH) = 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,06301 — масса азотной кислоты соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия концентрации точно c (NaOH) = 1 моль/дм³, г;

X_1 — массовая доля серной кислоты, определяемая в соответствии с п. 3.3, %;

1,285 — коэффициент пересчета молекулярной массы серной кислоты на молекулярную массу азотной кислоты;

X_2 — массовая доля оксидов азота, определяемая в соответствии с п. 3.4, %;

1,370 — коэффициент пересчета молекулярной массы оксидов азота (N_2O_4) на молекулярную массу азотной кислоты;

m — масса навески, г»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Допускаемая абсолютная суммарная погрешность измерения массовой доли азотной кислоты ±0,3 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %».

Пункт 3.3 дополнить абзацем (перед п. 3.3.1):

«Метод основан на измерении объема раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование серной кислоты».

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции:

«3.3.1. *Аппаратура и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения ВЛР-200 по ГОСТ 24104—88 или весы другого типа не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74, допускаемое отклонение ±0,6 см³.

Бюретка 3—2—25—0,1 по ГОСТ 20292—74, допускаемое отклонение ±0,1 см³.

Стакан НН-200 (Н200) по ГОСТ 19908—80 или Н-1—250ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колба Кн-2—250—34ТХС по ГОСТ 25336—82.

Баня водяная (паровая).

Цилиндр 1—100—(3—100) по ГОСТ 1770—74.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1-83 – 25794.3-83.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Формалин технический по ГОСТ 1625—75, водный раствор с массовой долей 25 %.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

Индикатор смешанный; готовят следующим образом: 0,12 г метилового красного и 0,082 г метиленового голубого растворяют каждый в 100 см³ этилового спирта и растворы смешивают (индикатор 1), или бромкрезоловый зеленый (синий) водный раствор с массовой долей 0,1 % с добавлением 2,9 см³ раствора гидроксида натрия концентрации c (NaOH) = 0,05 моль/дм³ на 100 см³ индикатора и водный раствор ализаринового красного S с массовой долей 0,1 % смешивают в соотношении 1:1 (индикатор 2).

Глицерин по ГОСТ 6259—75».

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции:

«3.3.2. *Проведение анализа*

4,0—6,0 г кислотного меланжа взвешивают в бюксе или пипетке Лунге — Рея. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Навеску переносят в стакан вместимостью 200—250 см³ и упаривают на водяной или паровой бане до маслянистого остатка. Для проверки полноты удаления азотной кислоты к остатку прибавляют по каплям раствор формалина до полного прекращения выделения бурых паров. (Азотную кислоту допускается удалять обработкой анализируемой пробы раствором формалина, с последующим нагревом полученного раствора на водно-глицериновой бане с соотношением массовых долей воды и глицерина, равным 35 и 65 % при 100—110 °С в течение 15—20 мин). После охлаждения к содержимому стакана прибавляют 50—60 см³ воды, 2 капли индикатора и титруют раствором гидроксида натрия до появления зеленой окраски (индикатор 1) или до перехода окраски раствора от желтой к синей (индикатор 2)».

Пункт 3.3.3. Формулу и экспликацию к ней изложить в новой редакции:

«$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}049 \cdot 100}{m}$$»,

где V — объем раствора гидроксида натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,049 — масса серной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия концентрации точно c (NaOH) = 1 моль/дм³, г;

K — поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора гидроксида натрия к концентрации точно c (NaOH) = 1 моль/дм³;

m — масса навески, г»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Допускаемая абсолютная суммарная погрешность измерения серной кислоты в меланже ±0,1 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15 %».

Пункт 3.4 дополнить абзацем (перед п. 3.4.1):

«Метод основан на окислении оксидов азота марганцовокислым калием с последующим титрованием его избытка сернокислым железом (II)».

Пункт 3.4.1. изложить в новой редакции:

«*3.4.1. Аппаратура и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения ВЛР-200 по ГОСТ 24104 -88 или весы другого типа не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$.

Набор гирь по ГОСТ 7328—82.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74, допускаемое отклонение ±0,6 см³.

Бюретка 3- 2- 25—0,1 по ГОСТ 20292 - 74, допускаемое отклонение ±0,1 см³.

Ампулы стеклянные лабораторного изготовления однорожковые, двухрожковые или пипетка Лунге—Рея.

Горелка для запаивания ампул или спиртовка СЛ 1 (СЛ-2) по ГОСТ 25336—82.

Колба Кн-2—250 - 34ТХС по ГОСТ 25336—82.

Железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148—78 концентрации c (1/2 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,1 моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794 2—83.

Кислота серная по ГОСТ 4204—72, разбавленная 1:4.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:1.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75 концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм³, приготовленный по ГОСТ 25794.1—83; поправочный коэффициент определяют по ГОСТ 25794.1—83».

Пункт 3 4 2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«3,0—6,0 г кислотного меланжа взвешивают в пипетке Лунге—Рея или в стеклянной ампуле. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Навеску переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ или банку (при взятии навески ампулой) с притертой пробкой, в которую предварительно помещены 10 см³ раствора марганцовокислого калия, 10 см³ раствора серной кислоты, 100—150 см³ воды».

Пункт 3.4.3. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции:

«V — суммарный объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм³, взятой для анализа, см³;

V_1 — суммарный объем раствора сернокислого железа (II) концентрации c ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,0046 — масса оксидов азота (N_2O_4), соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм³, г;

K — поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора сернокислого железа (II) к концентрации точно c (1/2 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$) = = 0,1 моль/дм³;

m — масса навески, г»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Допускаемая абсолютная суммарная погрешность измерения оксидов азота (N_2O_4) в меланже ±0,02 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,035 %».

Пункты 3.5 и 3.5.1 изложить в новой редакции:

«*3.5.* Определение массовой доли остатка после прокаливания

Метод основан на измерении массы навески до прокаливания и массы навески после прокаливания.

3.5.1. *Аппаратура и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения ВЛР-200 по ГОСТ 24104—88 или другие весы не ниже 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Чаши фарфоровые (кварцевые) диаметром не менее 800 мм по ГОСТ 9147—80.

Тигель по ГОСТ 19908—80.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Бюксы (стаканчики для взвешивания) СВ по ГОСТ 25336—82.

Баня песчаная (водяная)».

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции:

«3.5.2. *Проведение анализа*

(30±6) г кислотного меланжа взвешивают в бюксе. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Навеску переносят в предварительно прокаленную до постоянной массы при температуре (820±20) °С, охлажденную в эксикаторе и взвешенную фарфоровую или кварцевую чашки или тигель. Осторожно выпаривают анализируемую пробу, не допуская разбрызгивания, сначала на водяной, а затем на песчаной бане до образования сухих остатков. Во время выпаривания во избежание попадания посторонних веществ извне, над чашкой или тиглем помещают небольшую стеклянную воронку. Затем сухой остаток прокаливают в электрической печи до постоянной массы при температуре (820±20) °С. После прокаливания чашку или тигель с остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 3.5.3. Последний абзац изложить в новой редакции:

«Допускаемая абсолютная суммарная погрешность измерения остатка после прокаливания в меланже ±0,0025 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,004 %».

Пункт 3.6 исключить.

Пункт 4.1 изложить в новой редакции:

«4.1. Кислотный меланж транспортируют в специальных кислотных цистернах согласно правилам перевозки опасных грузов (часть 2). Степень (уровень) заполнения цистерн рассчитывают с учетом полного использования их вместимости (грузоподъемности), а также объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования».

Пункт 4.3 исключить.

Пункт 4.4 изложить в новой редакции:

«4.4. Специальные трафареты на цистернах «Опасно», «Меланж», а также трафарет приписки наносят в соответствии с правилами перевозки опасных грузов.

Транспортная маркировка груза — по ГОСТ 14192—77.

Груз по ГОСТ 19433—81 отнесен к классу 8 (подкласс 8.1, классификационный шифр группы 8151)».

Пункт 4.7 исключить.

Раздел 5. Пункт 5.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Гарантийный срок хранения кислотного меланжа по массовой доле оксидов азота с 15 апреля по 15 октября — 1 месяц, в остальное время года — 2 месяца со дня изготовления продукта».

Раздел 6 исключить.

(ИУС 7—88)

gost.e-ecolog.ru