ГОСТ 857—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА СОЛЯНАЯ СИНТЕТИЧЕСКАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Технические условия

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Киевским научно-исследовательским институтом синтеза и экологии (КНИИ «СИНТЕКО»)

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26 апреля 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Приложение Б настоящего стандарта содержит полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 905—76 «Соляная кислота для использования в промышленности. Оценка концентрации соляной кислоты путем измерения плотности»

4 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 27.02.96 № 117 межгосударственный стандарт ГОСТ 857—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 857—88

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2005 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1996
© Стандартинформ, 2006

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 2
4 Требования безопасности 4
5 Приемка 4
6 Методы анализа 5
7 Транспортирование и хранение 12
Приложение А Методика измерения массовой концентрации хлористого водорода в воздухе производственных помещений 13
Приложение Б Международный стандарт ИСО 905—76 15

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

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

(ИУС № 9 2006 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА СОЛЯНАЯ СИНТЕТИЧЕСКАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Технические условия

Synthetic hydrochloric acid for industrial use.
Specifications

Дата введения 1996—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на техническую синтетическую соляную кислоту, получаемую абсорбцией водой хлористого водорода, образующегося при взаимодействии испаренного, электролитического хлора, абгазов сжижения хлора с водородом.

Техническую синтетическую соляную кислоту применяют в химической, медицинской, пищевой промышленности, цветной и черной металлургии.

Формула: HCl.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 36,46.

Обязательные требования к продукции, направленные на обеспечение ее безопасности для жизни и здоровья населения и охраны окружающей среды, приведены в таблице 1, пункты 6 и 7.

2 Нормативные ссылки

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.044—89 (ИСО 4589—84) Система стандартов безопасности труда.Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.013—85* Система стандартов безопасности труда. Очки защитные. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 12.4.121—83 Система стандартов безопасности труда. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

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

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.013—97.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

Издание официальное

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая. Технические условия
ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
ГОСТ 4520—78 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия
ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
ГОСТ 5230—74 Реактивы. Ртути окись желтая. Технические условия
ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9557—87 Поддон плоский деревянный размером 800 × 1200 мм. Технические условия
ГОСТ 10485—75 Реактивы. Методы определения примеси мышьяка
ГОСТ 10555—75 Реактивы и особо чистые вещества. Колориметрические методы определения содержания примеси железа
ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)
ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 18573—86 Ящики деревянные для продукции химической промышленности. Технические условия
ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка
ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 21650—76 Средства скрепления тарно-штучных грузов в транспортных пакетах. Общие требования
ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
ГОСТ 24597—81 Пакеты тарно-штучных грузов. Основные параметры и размеры
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка
ГОСТ 26663—85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования. Общие технические требования
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 Технические требования

3.1 Техническая синтетическая соляная кислота должна изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

3.2 Характеристики

3.2.1 Соляную кислоту изготовляют двух марок: А и Б.

3.2.2 По физико-химическим показателям техническая синтетическая соляная кислота должна соответствовать нормам, указанным в таблице 1.

3.3 Маркировка

3.3.1 Транспортная маркировка бочек и бутылей — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Герметичная упаковка».

Маркировка, характеризующая транспортную опасность груза, — по ГОСТ 19433 (класс 8, подкласс 8.1, классификационный номер 8172, черт. 8/6 а), серийный номер ООН 1789.

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки			Методы анализа
	А ОКП 21 2211 0100	Б ОКП 21 2211 0200		
		высшего сорта ОКП 21 2211 0220	первого сорта ОКП 21 2211 0230	
1 Внешний вид	Прозрачная бесцветная или желтоватая жидкость		Прозрачная желтая жидкость	По 6.4
2 Массовая доля хлористого водорода, %, не менее	35	33	31,5	По 6.5
3 Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,002	0,015	По 6.6
4 Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,010	0,015	0,100	По 6.7
5 Массовая доля свободного хлора, %, не более	0,002	0,002	0,008	По 6.8
6 Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,0001	0,0001	0,0002	По 6.9
7 Массовая доля ртути (Hg), %, не более	0,0003	0,0004	0,0005	По 6.10

Примечания

1 Массовую долю ртути нормируют в кислоте, получаемой из водорода и хлора ртутного электролиза.

2 Допускается для пищевой промышленности по согласованию с потребителем изготовление кислоты с массовой долей хлористого водорода не более 26%.

3 В кислоте, поставляемой для травления металлов, массовая доля железа и остатка после прокаливания не нормируется.

4 По согласованию с потребителем допускается в кислоте обеих марок массовая доля хлористого водорода не менее 30%.

3.3.2 К каждой бочке или бутыли прикрепляют ярлык из фанеры или плотного картона, защищенный кислотостойкой и влагонепроницаемой оболочкой, на который наносят данные, характеризующие упакованный продукт:

- наименование предприятия и (или) его товарный знак;
- наименование продукта, его марку, сорт;
- обозначение настоящего стандарта;
- номер партии, дату изготовления;
- массу брутто и нетто;
- номер бочки или бутыли и общее количество их в партии.

3.3.3 Знаки и надписи на цистернах и контейнерах наносятся в соответствии с требованиями «Правил перевозки опасных грузов» (ч. 2, раздел 41, 1987, Москва).

3.4 Упаковка

3.4.1 Техническую синтетическую соляную кислоту наливают в специальные гуммированные цистерны отправителя или получателя, гуммированные контейнеры, полиэтиленовые бочки вместимостью 50 дм^3 и стеклянные бутыли вместимостью 20 дм^3 согласно действующей нормативной документации.

Стеклянные бутыли упаковывают в ящики типа V—1, номер 3—2 по ГОСТ 18573. Упаковка должна соответствовать ГОСТ 26319.

3.4.2 Допускается заливать продукт в цистерны и контейнеры с остатком соляной кислоты, если анализ остатка подтверждает соответствие его качества требованиям настоящего стандарта. В противном случае остаток соляной кислоты удаляют, а цистерну или контейнер промывают.

Бочки и бутыли должны быть сухими и чистыми.

3.4.3 Наливные люки цистерн, контейнеров и пробки бочек должны быть герметизированы резиновыми или полиэтиленовыми прокладками, как при отправке потребителям (заполненных кислотой), так и при возврате поставщику порожней тары.

Горловины бутылей, укупоренные притертыми стеклянными пробками или завинчивающимися крышками, должны быть обернуты полиэтиленовой пленкой и завязаны шпагатом.

3.4.4 Уровень (степень) заполнения цистерн, контейнеров, бочек и бутылей вычисляют с учетом максимального использования грузоподъемности (вместимости) и объемного расширения продукта при возможном перепаде температуры в пути следования.

4 Требования безопасности

4.1 Техническая синтетическая соляная кислота — едкая жидкость, стабильная в химическом отношении.

На воздухе «дымит» в результате выделения хлористого водорода и притяжения им влаги воздуха с образованием кислотного тумана.

Металлы, расположенные в ряду напряжений левее водорода (Al, Zn, Fe, Co, Ni, Pb и др), вытесняют его из соляной кислоты, что может привести к образованию взрывоопасных водородо-воздушных смесей.

Меры безопасности — исключение контакта соляной кислоты с этими металлами за счет антикоррозионных покрытий, продувки азотом и проверки газовой фазы из оборудования и трубопроводов на взрываемость перед проведением огневых работ.

4.2 Согласно ГОСТ 12.1.044 продукт относится к негорючим веществам.

4.3 Туман соляной кислоты раздражает верхние дыхательные пути и слизистые оболочки глаз. При попадании на кожу — вызывает ожоги.

4.4 Согласно ГОСТ 12.1.005 предельно допустимая концентрация (ПДК) паров соляной кислоты в воздухе рабочей зоны — 5 мг/м^3, класс опасности — 2 (вещества высокоопасные);

ПДК хлора в воздухе рабочей зоны — 1 мг/м^3, класс опасности — 2 (вещества высокоопасные).

Хлор и соляная кислота обладают остронаправленным механизмом действия. При работе с ними необходима специальная защита кожи и глаз.

Определение хлористого водорода, хлора — согласно действующей нормативной документации.

Точки отбора проб должны быть согласованы с местными органами санэпидслужбы. Оценка состояния воздушной среды при одновременном присутствии хлора и хлористого водорода — согласно ГОСТ 12.1.005.

4.5 Технологические процессы получения и применения соляной кислоты и используемое производственное оборудование должны соответствовать требованиям санитарных правил № 1042—73.

Производственные помещения должны быть оборудованы вентиляцией согласно ГОСТ 12.4.021 и СНиП 2.04.05—91 и подводом воды, отвечающей требованиям ГОСТ 2874.

4.6 Все работы с соляной кислотой должны проводиться в спецодежде типа К50 по ГОСТ 12.4.103 и в защитных очках типа Г по ГОСТ 12.4.013.

Все работающие должны быть обеспечены промышленными фильтрующими противогазами марки В (СИЗОД ФГП, ФГ-130) по ГОСТ 12.4.121.

4.7 В случае разлива соляную кислоту смывают с поверхностей пола и оборудования большим количеством воды или щелочного раствора. Кислые сточные воды перед поступлением в систему общезаводской канализации должны нейтрализоваться на локальных очистных установках.

4.8 Тушение пожара производится с помощью распыленной воды и воздушно-механической пены.

4.9 Некондиционный продукт нейтрализуют раствором щелочи. Газовые выбросы улавливают и нейтрализуют.

5 Приемка

5.1 Техническая синтетическая соляная кислота должна предъявляться к приемке партиями.

Партией считают любое количество соляной кислоты, однородной по своему качественному составу, оформленное одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать следующие данные:

- наименование и (или) товарный знак предприятия-изготовителя;
- наименование продукта и его марку, сорт, обозначение стандарта;
- номер партии, дату изготовления;
- номер цистерны, количество контейнеров, бочек, бутылей;
- массу нетто;
- классификационный шифр по ГОСТ 19433;
- результаты проведенного анализа или подтверждение соответствия качества требованиям настоящего стандарта.

5.2 Для проверки качества соляной кислоты проводят приемосдаточные и периодические испытания.

5.3 Массовую долю мышьяка изготовитель определяет периодически один раз в квартал.

5.4 При приемосдаточных испытаниях у изготовителя пробы отбирают из товарного резервуара, предназначенного для заполнения тары.

Для проверки качества соляной кислоты у потребителя пробы отбирают:

- от каждой цистерны и контейнера;
- от 10% бочек, бутылей, но не менее чем трех при партиях менее 10 бочек, бутылей.

5.5 При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке или вновь отобранной пробе из цистерны, контейнера, бочек, бутылей.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

6 Методы анализа

6.1 Точечные пробы из резервуара и цистерны отбирают медленным погружением пробоотборника любой конструкции, изготовленного из кислотостойких материалов, до дна резервуара, цистерны.

Точечные пробы из бочек, бутылей и контейнеров отбирают при помощи стеклянной или полиэтиленовой трубки диаметром 10—15 мм с оттянутым концом.

Объединенную пробу получают смешиванием равных по объему количеств точечных проб.

6.2 Из тщательно перемешанной объединенной пробы отбирают пробу для анализа объемом не менее 1 $дм^3$, которую помещают в сухую чистую склянку с притертой пробкой или полиэтиленовую банку с навинчивающейся крышкой. На склянку или полиэтиленовую банку наклеивают этикетку с указанием:

- наименования изготовителя и продукта;
- обозначения настоящего стандарта, марки и сорта;
- даты и места отбора пробы;
- номера партии и даты изготовления;
- фамилии лица, отобравшего пробу.

6.3 Общие указания по проведению анализа

При проведении анализа температура воздуха должна составлять (20±5) °С.

При взвешивании следует применять лабораторные весы общего назначения по ГОСТ 24104 классов точности 2 и 4 с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г.

Допускается применение импортной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

Допускается определение плотности соляной кислоты по приложению Б.

6.4 Определение внешнего вида

Внешний вид определяют визуально в проходящем свете столба жидкости, налитой в цилиндр 1,2—100 по ГОСТ 1770.

6.5 Определение массовой доли хлористого водорода

6.5.1 Метод определения основан на реакции нейтрализации ионов водорода гидроокисью натрия:

$$H^+ + OH^- = H_2O. \quad (1)$$

В качестве индикатора применяют метиловый оранжевый.

6.5.2 Аппаратура, реактивы, растворы:

- бюретка 1, 2, 3—25—0,1 по ГОСТ 29251;
- колба Кн-1,2—100, 250—1 по ГОСТ 25336;
- колба 2—250, 1000 по ГОСТ 1770;
- пипетка 2—20 по ГОСТ 29169;
- цилиндр 1,2—25 по ГОСТ 1770;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., раствор концентрации c (NaON) = 0,1 моль/$дм^3$, готовят по ГОСТ 25794.1;
- метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1%; водный раствор готовят по ГОСТ 4919,1;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709 и не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517.

6.5.3 Проведение анализа

В предварительно взвешенную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 $см^3$ и содержащую 20 $см^3$ воды помещают 3 $см^3$ анализируемой кислоты и снова взвешивают (результат взвешивания

записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, многократно ополаскивают дистиллированной водой, сливая в мерную колбу, доводят объем водой до метки и перемешивают. Пипеткой отбирают 20 см^3 полученного раствора соляной кислоты в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 25 см^3 воды, 2—3 капли метилового оранжевого индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода красной окраски в желтую.

6.5.4 Обработка результатов

Массовую долю хлористого водорода X, %, вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, пошедший на титрование, см^3;

V_1 — объем раствора анализируемой соляной кислоты, взятый для выполнения анализа, см^3;

m — масса колбы с водой, г;

m_1 — масса колбы с водой и анализируемой кислотой, г;

0,003646 — масса хлористого водорода, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия, концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускаемые расхождения между результатами, полученными в двух лабораториях, не должны превышать 0,6 %. Относительная суммарная погрешность определения ±2 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

6.6 Определение массовой доли железа

6.6.1 Массовую долю железа определяют в соляной кислоте после разбавления пробы без ее предварительной нейтрализации. Нейтрализацию проводят после введения сульфосалициловой кислоты, то есть одновременно проходят нейтрализация и образование сульфосалицилатного комплекса железа [Fe (Sal)]^3, окрашенного в слабощелочной среде (pH8,0—11,5) в желтый цвет. Интенсивность светопоглощения образовавшегося комплекса измеряют на фотоэлектроколориметре. Диапазон измерения $5 \cdot 10^{-4} - 2{,}0 \cdot 10^{-2}$ %.

6.6.2 Аппаратура, растворы, реактивы:

- колориметр фотоэлектрический лабораторный ФЭК-56М, КФК или другого типа, обеспечивающий заданную чувствительность и точность;
- секундомер механической любой марки;
- стаканчик СЗ—14/8 по ГОСТ 25336;
- колбы 1,2—50, 100, 250 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770;
- пипетки 1, 2, 5, 7—1, 25, 2, 5, 10 по ГОСТ 29169;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., водный раствор (1:1);
- аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а., раствор с массовой долей 25 %;
- кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, ч.д.а., раствор концентрации 100 г/дм^3;
- квасцы железоаммонийные согласно действующей нормативной документации;
- раствор железа концентрации 1 мг/см^3 готовят по ГОСТ 4212, разбавлением готовят раствор концентрации 10 мкг/см^3, свежеприготовленный;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.6.3 Подготовка к анализу

6.6.3.1 Приготовление раствора сульфосалициловой кислоты

10 г сульфосалициловой кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют, доводят объем водой до метки, перемешивают. Результаты взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

6.6.3.2 Приготовление градуировочных растворов и градуировка фотоэлектроколориметра.

Градуировку и определение проводят по ГОСТ 10555 сульфосалициловым методом.

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вводят 30 см^3 дистиллированной воды, пипеткой прибавляют по 1 см^3 раствора соляной кислоты, 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 см^3 раствора железа концентрации 10 мкг/см^3, по 2 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и по 5 см^3 раствора аммиака. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Одновременно готовят контрольный раствор: в мерную колбу вместимостью 50 см^3

вводят 30 см^3 воды, 1 см^3 соляной кислоты, прибавляют 2 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и далее поступают, как описано выше.

Оптическую плотность градуировочных растворов измеряют через (10±1) мин в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм при длине волны 434 нм по отношению к контрольному раствору. Градуировку прибора допускается проводить по методу наименьших квадратов.

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс введенную в градуировочные растворы массу железа в микрограммах, на оси ординат — соответствующие значения оптических плотностей. Градуировочный график проверяют 1 раз в квартал, а также при замене реактивов или приборов.

6.6.4 Проведение анализа

Навеску анализируемой соляной кислоты массой (20±1) г количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, споласкивая стаканчик несколько раз водой, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Результаты взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

Пипеткой отбирают для марок А и Б высшего сорта по 25 см^3, а для марки Б 1-го сорта — 2,5 см^3 приготовленного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 добавляют 2 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и перемешивают. Затем прибавляют 10 см^3 раствора аммиака, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Контрольный раствор готовят, как описано в 6.6.3.2. Через (10±1) мин измеряют оптическую плотность и, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в анализируемом растворе в микрограммах.

6.6.5 Обработка результатов

Массовую долю железа X_1, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса железа в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески соляной кислоты, взятая для выполнения анализа, г;

V — объем раствора соляной кислоты, полученный после разбавления массы соляной кислоты, см^3;

V_1 — объем разбавленного раствора соляной кислоты, взятый для выполнения анализа, см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений, расхождения между которыми не должны превышать 0,0005 %. Результаты определения округляют до четвертого десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами, полученными в двух лабораториях, не должны превышать 0,0005 %.

Абсолютная суммарная погрешность определения ±0,2 А, где А — результат определения при доверительной вероятности $P = 0,95$.

6.7 Определение массовой доли остатка после прокаливания

6.7.1 Массовая доля остатка после прокаливания при 600 °С измеряется весовым методом. Диапазон определения от 0,005 % до 0,100 %.

6.7.2 Аппаратура, растворы и реактивы:

- цилиндр 2—100 по ГОСТ 1770;
- чашка кварцевая типа КП вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 19908, платиновая или фарфоровая;
- эксикатор 2—190 мм, 250 мм по ГОСТ 25336;
- муфельная печь с термопарой, обеспечивающая поддержание температуры (600±10) °С;
- кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.;
- кальций хлористый, прокаленный при 250—300 °С;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- часы песочные на 5 мин.

6.7.3 Подготовка к анализу

Чашку прокаливают в муфельной печи при температуре (600±10) °С в течение (5±1) мин. Затем чашку помещают в эксикатор с хлористым кальцием и выдерживают в течение (30±5) мин. Охлажденную чашку взвешивают. Результаты взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

6.7.4 Проведение анализа

Цилиндром отбирают 85 см^3 анализируемой соляной кислоты и помещают в кварцевую чашку, добавляют 1 каплю серной кислоты и выпаривают на водяной бане почти досуха. Чашку с остатком нагревают на электроплитке до прекращения выделения паров серной кислоты. Выпаривание анализируемой кислоты и разложение серной кислоты можно проводить под инфракрасной лампой.

После этого чашку с остатком переносят в муфельную печь, предварительно нагретую до (600±10) °С, и прокаливают в течение (5±1) мин. Переносят чашку в эксикатор, выдерживают (30±5) мин и взвешивают.

6.7.5 Обработка результатов

Массовую долю остатка после прокаливания X_2, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса чашки с остатком после прокаливания, г;

m — масса пустой чашки, г;

V — объем пробы соляной кислоты, взятой для анализа, см^3;

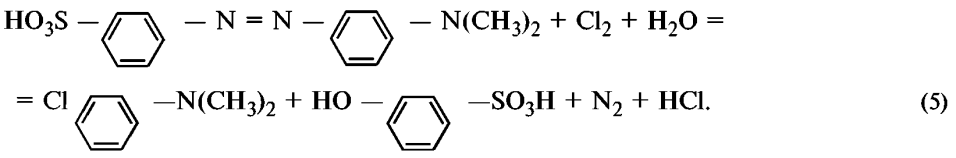
ρ — плотность соляной кислоты, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0006 %. Результаты параллельных определений округляют до 0,0001 %, результат определения — 0,001 %.

Допускаемые расхождения между результатами, полученными в двух лабораториях, не должны превышать 0,0008 %. Абсолютная суммарная погрешность определения ± 0,0005 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

6.8 Определение массовой доли свободного хлора

6.8.1 Метод основан на реакции окисления метилового оранжевого хлором:



(5)

В результате окисления метилового оранжевого окраска его растворов становится менее интенсивной. Интенсивность окраски зависит от порядка смешивания растворов, поэтому анализируемую соляную кислоту добавляют последней при перемешивании. Метод отличается избирательностью, железо (III) мешает определению. Диапазон измерения $5 \cdot 10^{-4} - 8 \cdot 10^{-3}$ %.

6.8.2 Аппаратура, реактивы и растворы:

- колориметр фотоэлектрический лабораторный КФК или другого типа, обеспечивающий заданную чувствительность и точность;
- колбы мерные 2-25, 1000 по ГОСТ 1770;
- пипетки 1,5—1,2 по ГОСТ 29169;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор (1:2);
- метиловый оранжевый (индикатор), раствор концентрации 0,1 г/дм^3, готовят следующим образом: 0,1 г метилового оранжевого переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Результаты взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

6.8.3 Приготовление градуировочных растворов и градуировка фотоэлектроколориметра

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 вводят 15 см^3 воды, пипеткой прибавляют 2,0; 1,6; 1,2; 0,8; 0,4 см^3 раствора метилового оранжевого, что соответствует 0; 10; 20; 30; 40 мкг хлора, добавляют по 1 см^3 раствора соляной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность полученных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре при толщине поглощающего свет слоя раствора 10 мм и при длине волны 490—505 нм. Раствор сравнения — дистиллированная вода.

По полученным данным строят градуировочной график, откладывая на оси абсцисс массу хлора в микрограммах, на оси ординат — соответствующее значение оптических плотностей.

Градуировочный график проверяют один раз в квартал, а также при замене реактивов или приборов.

Градуировку прибора допускается проводить по методу наименьших квадратов.

6.8.4 Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают 15 $см^3$ дистиллированной воды, энергично перемешивая, пипеткой вводят 2 $см^3$ раствора метилового оранжевого, (0,5—2) $см^3$ анализируемой соляной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность полученного раствора измеряют на фотоэлектроколориметре при толщине поглощающего свет слоя раствора 10 мм и длине волны 490—505 нм. Раствор сравнения — дистиллированная вода.

Массу хлора в микрограммах в кислоте находят по градуировочному графику.

6.8.5 Обработка результатов

Массовую долю свободного хлора X_3, %, вычисляют по формуле

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

где m — масса хлора в анализируемой соляной кислоте,найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем соляной кислоты,взятый для выполнения анализа,$см^3$;

ρ — плотность анализируемой соляной кислоты,$г/см^3$.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных измерений, расхождения между которыми не должны превышать 0,0003 %. Результаты определения округляют до 0,0001 %.

Допускаемые расхождения между результатами, полученными в двух лабораториях, не должны превышать 0,0005 %.

Абсолютная суммарная погрешность определения находится в диапазоне ±0,2 А, где А — результат определения при доверительной вероятности $P = 0,95$.

6.9 Определение массовой доли мышьяка

6.9.1 Метод основан на отгонке соединений мышьяка в виде мышьяковистого водорода и дальнейшем его взаимодействии с бромистой ртутью с образованием оранжевого соединения, интенсивность окрашивания которого сравнивают с интенсивностью окрашивания эталона, содержащего 0,002 и 0,004 мг мышьяка. Чувствительность метода — 0,0001 %.

6.9.2 Аппаратура, растворы, реактивы:

- колбы Кн-2—100, 250 по ГОСТ 25336;
- пипетки 1,5—2,10 по ГОСТ 29169;
- колбы мерные 2,2—100, 1000 по ГОСТ 1770;
- прибор для отгонки мышьяка по ГОСТ 10485;
- цилиндр 1,2—100 по ГОСТ 1770;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор с массовой долей 15 %;
- олово двухлористое согласно действующей нормативной документации — раствор с массовой долей 10 %;
- олово гранулированное согласно действующей нормативной документации;
- цинк гранулированный согласно действующей нормативной документации;
- раствор мышьяка массовой концентрации 1 $мг/см^3$, готовят по ГОСТ 4212;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- бумажка бромно-ртутная, готовят по ГОСТ 4517.

6.9.3 Подготовка к анализу

6.9.3.1 Приготовление раствора двухлористого олова

10 г реактива растворяют в 15 $см^3$ соляной кислоты (при необходимости коническую колбу нагревают). Раствор переносят в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 $см^3$, добавляют 0,5 г гранулированного олова, доводят объем водой до метки. Результаты взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

6.9.3.2 Приготовление раствора мышьяка концентрации 0,001 $мг/см^3$

Отбирают пипеткой 1 $см^3$ раствора мышьяка, приготовленного по ГОСТ 4212, в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Пипеткой отбирают 10 $см^3$ полученного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем водой до метки и перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

6.9.4 Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10485. Для этого отбирают пипеткой 1,7 $см^3$ (2 г) анализируемой соляной кислоты, помещают в колбу прибора для определения мышьяка, содержащую 30 $см^3$ дистиллированной воды. Одновременно готовят раствор сравнения: в колбу прибора помещают 30 $см^3$ дистиллированной воды и пипеткой добавляют в одну колбу 2 $см^3$, а во вторую — 4 $см^3$ раствора мышьяка концентрации 0,001 $мг/см^3$.

Затем в обе колбы добавляют по 7 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, 0,5 $см^3$ раствора двухлористого олова. В каждую колбу добавляют по 5 г цинка, а в насадку — по бромно-ртутной бумажке. Быстро закрывают пробкой с насадкой, осторожно перемешивают вращательным движением и оставляют в покое на (90±10) мин. По истечении этого времени бромно-ртутные бумажки вынимают из приборов и сравнивают интенсивность окраски бумажки анализируемым раствором и раствором сравнения.

Продукт соответствует установленной норме стандарта, если интенсивность окраски бумажки от анализируемого раствора соляной кислоты совпадает или меньше интенсивности раствора сравнения.

6.10 Определение массовой доли ртути

6.10.1 Определение массовой доли ртути анализатором «Ртуть-101»

6.10.1.1 Метод основан на измерении концентрации паров металлической ртути в газовой фазе по атомной абсорбции резонансного излучения ее атомов на длине волны 253,7 нм.

Подготовка пробы заключается в ее кипячении в присутствии бихромата калия для удаления газообразного хлора. Диапазон измерения от 0,5 % до $5 \cdot 10^{-4}$ %.

6.10.1.2 Аппаратура, реактивы, растворы:

- анализатор ртути типа «Ртуть-101» (или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками);
- колбы 2—100, 1000 по ГОСТ 1770;
- пипетки 1, 2, 6, 7—1, 2, 5, 10 по ГОСТ 29169;
- цилиндр 3—100 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-1,50 по ГОСТ 25336;
- кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.;
- калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор концентрации 40 $г/дм^3$ (готовят следующим образом: 4 г реактива растворяют в 100 $см^3$ воды; хранят в колбе с притертой пробкой; результаты взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака);
- раствор разбавления готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 50 $см^3$ азотной кислоты, 5 $см^3$ раствора бихромата калия и доводят водой до метки;
- олово двухлористое, раствор с массовой долей 10 %, готовят следующим образом: 10 г реактива растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ в 25 $см^3$ соляной кислоты при кипячении до полного растворения реактива; после охлаждения до (20±5) °С водой доводят объем до метки; свежеприготовленный раствор очищают от ртути продувкой воздухом в течение не менее 5 мин; используют в день приготовления; результаты взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака;
- ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520, х.ч., раствор концентрации 0,01 $мкг/см^3$ (исходный раствор концентрации 1 $мг/см^3$ готовят по ГОСТ 4212 — раствор А; соответствующим разбавлением готовят раствор концентрации 0,01 $мкг/см^3$, для чего 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствором разбавления до метки — раствор Б концентрации 100 $мкг/см^3$; годен в течение 3 мес; 1 $см^3$ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствором разбавления до метки — раствор Г концентрации 1 $мкг/см^3$, годен в течение 7 ч; 10 $см^3$ раствора Г помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствором разбавления до метки — рабочий раствор концентрации 0,01 $мкг/см^3$, годен в течение 7 ч);
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.10.1.3 Требования безопасности при работе с прибором «Ртуть-101»

К работе допускаются лица, изучившие устройство прибора и прошедшие инструктаж для работы с электрическими устройствами, работающими при напряжении 1000 В. Необходимо перед работой проверить надежность заземления. При ремонте и замене реактивов прибор следует отсоединить от сети.

6.10.1.4 Подготовка к анализу

Прибор градуируют по паспорту (техническому описанию и инструкции), прилагаемому к прибору.

6.10.1.5 Подготовка пробы

В предварительно взвешенные две конические колбы, содержащие по (20±1) $см^3$ дистиллированной воды, помещают по 10 г анализируемой соляной кислоты. Результаты взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака. Затем в колбы добавляют до 1 $см^3$ раствора бихромата калия и кипятят пробы в течение 5 мин при условии сохранения желтой окраски бихромата калия. В противном случае добавляют раствор бихромата калия порциями по 0,5 $см^3$. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой (раствор Д).

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт, для чего в такую же коническую колбу вводят 20 $см^3$ воды и такое же количество бихромата калия, которое было использовано при подготовке пробы. Кипятят 5 мин. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ (раствор Е).

2 $см^3$ раствора Д помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем до метки раствором разбавления (раствор $Д_1$). Так же разбавляют раствор Е и получают раствор $Е_1$.

6.10.1.6 Проведение анализа.

Растворы $Д_1$ и $Е_1$ помещают последовательно, начиная с контрольного, в реактор анализатора и проводят измерение согласно инструкции к прибору.

За результат анализа принимают среднеарифметическое показаний анализатора для двух параллельных проб (a), расхождение между которыми не превышает $\pm(10 + 0{,}05\bar{a})$, где $\bar{a}$ — среднее арифметическое показаний анализатора для двух параллельных проб.

6.10.1.7 Обработка результатов

Массовую долю ртути X_4, %, вычисляют по формуле

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

где $\bar{a}$ — среднеарифметическое показаний анализатора при измерении двух параллельных проб;

b — показания анализатора при измерении контрольного раствора;

1/1000 — цена деления анализатора, мкг;

m — масса анализируемой пробы кислоты, г (10 г).

Результаты измерения округляют до $1 \cdot 10^{-5}$ %.

Относительная суммарная погрешность измерения ±10 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

6.10.2 Определение массовой доли ртути с дитизоном

6.10.2.1 Аппаратура, растворы и реактивы:

- аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:10;
- кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., раствор концентрации c (CH_3COOH) = 1 моль/$дм^3$;
- натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, ч.д.а., раствор концентрации c (CH_3COONa) = =1 моль/$дм^3$;
- ацетатный буферный раствор, готовят следующим образом: смешивают равные объемы раствора уксуснокислого натрия и раствора уксусной кислоты;
- гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, ч.д.а., водный раствор с массовой долей 10 %, свежеприготовленный;
- кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.;
- кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/$дм^3$;
- соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации c (трилон Б) = 0,1 моль/$дм^3$;
- хлороформ по ГОСТ 20015;
- дитизон (дифенилтиокарбазон) согласно действующей нормативной документации, ч.д.а. (раствор дитизона в хлороформе готовят следующим образом: 0,2 г дитизона растворяют в 50 $см^3$ хлороформа, переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, добавляют 100 $см^3$ раствора аммиака (1:10) и встряхивают; аммиачный раствор отделяют и переносят в другую делительную воронку; операцию повторяют три раза; затем аммиачный раствор подкисляют серной кислотой до pH 3—4 и экстрагируют дитизон три раза хлороформом порциями по 20 $см^3$; экстракт хлороформа промывают трижды и разбавляют до 100 $см^3$ хлороформом (раствор А); сохраняют раствор дитизона под слоем раствора серной кислоты в темном прохладном месте; перед употреблением раствор А разбавляют хлороформом таким образом, чтобы оптическая плотность раствора, измеренная на фотоэлектроколориметре ФЭК-56 или приборе другой марки, при длине волны 580-587 нм (светофильтр 8 в кювете с толщиной поглощающего свет слоя раствора 0,5 см) составляла бы 0,75 (раствор Б);

- ртути окись желтая по ГОСТ 5230;

- образцовый раствор ртути готовят по ГОСТ 4212 или следующим образом: 0,1079 г окиси ртути растворяют, слабо нагревая в 2—3 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и водой доводят до 100 $см^3$; 1 $см^3$ полученного раствора содержит 1 мг ртути; разбавлением готовят раствор, содержащий 0,010 мг ртути в 1 $см^3$; результаты взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака:

- универсальная индикаторная бумага;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

- фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор с заданной точностью и чувствительностью;

- воронка ВД1—250 по ГОСТ 25336;

- стакан 1,2—100 по ГОСТ 25336.

6.10.2.2 Построение градуировочного графика

В пять делительных воронок вместимостью 250 $см^3$ вносят по 50 $см^3$ воды, 1, 2, 3, 4 и 5 $см^3$ разбавленного образцового раствора ртути, что соответствует 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 и 0,050 мг ртути, по 5 $см^3$ раствора трилона Б, 10 $см^3$ буферного раствора, перемешивают в течение 1 мин, добавляют 5 $см^3$ хлороформа, снова перемешивают в течение 1 мин и после отстаивания хлороформ отбрасывают. Затем добавляют 10 $см^3$ раствора Б (дитизона) и встряхивают в течение 2 мин. Параллельно готовят в тех же условиях контрольный раствор, содержащий все реактивы, кроме ртути.

После разделения фаз хлороформный слой отделяют и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя раствора 0,5 см при светофильтре 8. Раствор сравнения — хлороформ.

Градуировочный график строят в координатах «оптическая плотность — концентрация ртути, мг».

6.10.2.3 Проведение анализа

5 $см^3$ анализируемой кислоты помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и добавляют воды до 30 $см^3$. Содержимое стакана, охладив, медленно нейтрализуют раствором аммиака до pH 4 по индикаторной бумаге, добавляют воды до 50 $см^3$, 5 $см^3$ раствора трилона Б, 10 $см^3$ буферного раствора, 1—3 $см^3$ раствора гидроксиламина. Спустя 10 мин раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ хлороформа, перемешивают и после отстаивания хлороформный слой отбрасывают.

Далее поступают, как описано в 6.10.2.2.

Для проверки чистоты реактивов проводят контрольный опыт, для чего 50 $см^3$ воды помещают в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, вводят 5 $см^3$ трилона Б, 10 $см^3$ буферного раствора, 1—3 $см^3$ раствора гидроксиламина. Через 10 мин добавляют 5 $см^3$ хлороформа, перемешивают 1 мин и после отстаивания хлороформный слой отбрасывают. Экстракцию и определение ртути проводят, как описано в 6.10.2.2.

6.10.2.4 Обработка результатов

Массовую долю X_6, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса ртути в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, мг;

m_2 — масса ртути, найденная в контрольном опыте, мг;

V — объем соляной кислоты, взятый для анализа, $см^3$;

ρ — плотность соляной кислоты, $г/см^3$.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать $3 \cdot 10^{-5}$ %.

При разногласиях в оценке качества продукции массовую долю ртути определяют химическим методом.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Техническую синтетическую соляную кислоту в соответствии с правилами перевозки опасных грузов транспортируют:

- наливом в железнодорожных цистернах («Правила перевозки опасных грузов № 340», ч. 2 раздел 41);

- упакованную в бочки и бутыли в ящиках — железнодорожным транспортом в крытых вагонах повагонными отправками («Правила перевозки опасных грузов № 340», ч. 2, раздел 42);
- упакованную в контейнеры, бочки, бутыли — автомобильным и водным транспортом.

7.2 Бочки и бутыли при отгрузке пакетами формируют на плоских деревянных поддонах по ГОСТ 9557—87 в соответствии с требованиями ГОСТ 21650, ГОСТ 24597 и ГОСТ 26663.

Масса пакета не должна превышать грузоподъемность поддона.

В железнодорожном вагоне пакеты устанавливают так, чтобы вместимость (грузоподъемность) вагона была использована полностью.

7.3 Техническую синтетическую соляную кислоту хранят в герметичных резервуарах изготовителя и потребителя, изготовленных из материалов, стойких к соляной кислоте.

Срок хранения продукта неограничен.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

МЕТОДИКА

измерения массовой концентрации хлористого водорода в воздухе производственных помещений

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика предназначена для измерения массовой концентрации хлористого водорода в воздухе производственных помещений.

Методика выполнена согласно действующей нормативной документации.

Диапазон измерений — (0,6—20) мг/м^3.

Продолжительность анализа — 30 мин.

А.2 Метод измерения

Для измерения массовой концентрации хлористого водорода в воздухе используется фотоколориметрический метод анализа, основанный на взаимодействии хлорида с роданидом ртути и образованием окрашенного комплекса железа с роданидом.

Условия фотометрирования:

- длина волны — (480±5) нм;
- толщина поглощающего свет слоя — 10 мм.

А.3 Посуда, приборы и реактивы:

- весы лабораторные общего назначения классов точности 2 и 4 по ГОСТ 24104 с максимальными пределами взвешивания 200 и 500 г;
- колориметр фотоэлектрический типа КФК или другого типа, обеспечивающий заданную чувствительность и точность;
- колбы 2—100 (500, 1000) по ГОСТ 1770;
- пипетки 4,5—2—1 (2); 6,7—2—5 (10) по ГОСТ 29169;
- пробирки градуированные П-1—15—0,1 по ГОСТ 1770;
- пробирки колориметрические плоскодонные из бесцветного стекла высотой 120 мм, с внутренним диаметром 15 мм;
- поглотительные приборы с пористой пластинкой № 2;
- азотная кислота по ГОСТ 4461, х.ч.;
- железоаммонийные квасцы в соответствии с действующей нормативной документацией, раствор массовой концентрации 61 г/дм^3;
- ртуть роданистая, раствор в этиловом спирте массовой доли 0,25%;
- раствор хлоридов точной массовой концентрации 1 мг/см^3, приготовленный по ГОСТ 4212, разбавлением готовят раствор хлоридов точной массовой концентрации 10 мкг/см^3;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

А.4 Подготовка к выполнению измерений

А.4.1 Приготовление раствора железоаммонийных квасцов

Раствор железоаммонийных квасцов массовой концентрации 61 г/дм^3 готовят следующим образом: 61,00 г железоаммонийных квасцов переносят в колбу, прибавляют 100 см^3 воды и 310 см^3 азотной кислоты, растворяют и фильтруют через воронку с пористой стеклянной пластинкой № 4 в мерную колбу 2—1000—2. Раствор в колбе доводят водой до метки и перемешивают.

А.4.2 Отбор пробы воздуха

Воздух со скоростью 1 дм^3/мин пропускают в течение (15±0,3) мин через два последовательно соединенных поглотительных прибора с пористой пластинкой, содержащих по 10 см^3 дистиллированной воды. Поглотительные растворы количественно переносят в градуированные пробирки, доводят объем водой до 15 см^3 и перемешивают.

А.4.3 Построение градуировочного графика

В колориметрические пробирки помещают 0; 0,3; 0,6; 0,9; 1,2; 1,5; 2,0 см^3 раствора хлоридов точной массовой концентрации 10 мкг/см^3, что соответствует 0; 3; 6; 9; 12; 15; 20 мкг хлоридов, доводят водой объем до 5 см^3, прибавляют по 0,5 см^3 раствора железоаммонийных квасцов и 0,4 см^3 раствора роданида и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов на фотоэлектроколориметре при длине волны (480±5) нм и толщине поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к раствору, не содержащему хлоридов.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс введенные в градуировочные растворы массы хлоридов в мкг, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Градуировочные растворы, приготовленные одновременно с пробами, могут быть использованы для визуального определения. Растворы устойчивы в течение 1 ч.

А.5 Выполнение измерений

В колориметрические пробирки помещают 1—5 см^3 анализируемого раствора из первого поглотительного прибора и 5 см^3 анализируемого раствора из второго поглотительного прибора, при необходимости доводят объем водой до 5 см^3, прибавляют по 0,5 см^3 раствора железоаммонийных квасцов и 0,4 см^3 раствора роданита ртути и поступают далее, как описано в 4.3. Одновременно готовят контрольный раствор на реактивы. Для этого в колориметрическую пробирку помещают 5 см^3 воды, 0,5 см^3 раствора железоаммонийных квасцов и поступают далее, как по 4.3. Через 10 мин измеряют оптические плотности анализируемых растворов по отношению к контрольному раствору на реактивы и по градуировочному графику находят массы хлоридов в анализируемых растворах в мкг.

А.6 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию хлористого водорода X в воздухе, мг/дм^3, вычисляют по формуле

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

или по такой формуле

$$\frac{\left(\frac{a_1}{V} + \frac{a_2}{5}\right) \cdot 15 \cdot 1{,}028}{V_0}, \qquad (А.2)$$

где a_1 и a_2 — массы хлоридов в анализируемых растворах соответственно в первом и втором поглотительных приборах, найденных по градуировочному графику, мкг;

1,028 — коэффициент пересчета на хлористый водород;

V_1 — объем анализируемого раствора первого поглотительного прибора, взятый для анализа, см^3;

V_0 — объем воздуха в дм^3, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле

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

где V_t — объем воздуха, отобранный для анализа, дм^3;

P — барометрическое давление во время отбора пробы, кПа;

t° — температура воздуха во время пробы, °С: (101,33 кПа = 760 мм рт. ст.)

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ ИСО 905—76

Соляная кислота для использования в промышленности. Оценка концентрации соляной кислоты путем измерения плотности

Б.1 Область применения

Данный международный стандарт описывает метод приблизительной оценки концентрации соляной кислоты (HCl) путем измерения плотности соляной кислоты для использования в промышленности

Б.2 Принцип

Определение плотности при 20°С посредством ареометра. Оценка соответствующей концентрации соляной кислоты (HCl)

Б.3 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура.

Б.3.1 Ареометр, градуированный через 0,005 г/см^3, калиброванный при 20°С (см. Международная организация по стандартизации (R 649).

Б.3.2 Стеклянная пробирка вместимостью по меньшей мере 500 см^3, диаметром по меньшей мере на 25 мм больше, чем диаметр ареометра (3.1), и высотой по меньшей мере на 25 мм больше, чем уровень погружения ареометра.

Б.4 Методика

Б.4.1 Определение плотности

Поместить примерно 500 см^3 исследуемой пробы в стеклянную пробирку (3.2). Отрегулировать температуру содержимого пробирки до 20±0,5 °С. Погрузить ареометр (3.1) и, как только достигнуто статическое равновесие, снова удостовериться, что температура кислоты составляет 20±0,5°С. Определить плотность, которая указана на шкале ареометра.

Б.4.2 Оценка содержания соляной кислоты (HCl)

Взять из таблицы концентрацию, соответствующую плотности, которую показывает ареометр.

Таблица Б.1 — Соотношение плотности и концентрации водных растворов соляной кислоты

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

* Значение насыщения при 20°С.

Примечание — Данные, показанные в таблице, получены путем графической интерполяции данных, представленных в Международном справочнике физических, химических и технологических величин, т.3, стр. 54, округленных до первого десятичного знака.

Б.5 Выражение результатов

Констатировать плотность, определенную на шкале ареометра, выраженную в граммах на кубический сантиметр и соответствующую концентрацию соляной кислоты, полученную из таблицы Б.1.

УДК 661.419:006.354 МКС 71.060.30 Л12 ОКП 21 2211

Ключевые слова: кислота соляная техническая, хлористый водород, технические требования, приемка, меры безопасности, массовая доля, результат анализа, транспортирование

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Подписано в печать 21.12.2005. Формат 60×84$^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,90. Тираж 49 экз. Зак. 991. С 2279.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru