

Изменение № 1 ГОСТ 1460—2013 Карбид кальция. Технические условия

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 111-П от 30.08.2018)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 14318

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, TJ, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166)004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 2. Ссылки на ГОСТ 12.1.005—88 и ГОСТ 17.2.4.02—81 и их наименования исключить; заменить ссылки: ГОСТ 12.0.004—90 на ГОСТ 12.0.004—2015; ГОСТ 12.1.019—2009 на ГОСТ 12.1.019—79¹; ГОСТ 3765—88 на ГОСТ 3765—78; ГОСТ 4212—76 на ГОСТ 4212—2016; ГОСТ 4517—87 на ГОСТ 4517—2016; ГОСТ 4919.1—77 на ГОСТ 4919.1—2016; ГОСТ 31340—2007 на ГОСТ 31340—2013;

«ГОСТ 17.2.3.02—78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями» на «ГОСТ 17.2.3.02—2014 Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями»;

«ГОСТ 10398—76 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества» на «ГОСТ 10398—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения основного вещества»;

для ГОСТ 4197—74 заменить слово: «азотисто-кислый» на «азотисто-кислый»;

ГОСТ 1770—74 после слова «колбы» дополнить словом: «, пробирки»;

дополнить сноской ¹ к ГОСТ 12.1.019—79:

«_____»

¹ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты»;

сноску ¹ к ГОСТ 24104—2001 и 29329—92 дополнить словами: «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Пункт 4.1.2. Таблицу 2 дополнить примечанием:

«Примечание — Гранулометрический состав карбида кальция может быть изменен по согласованию с потребителем (оговаривается в контракте, договоре)».

Раздел 6 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«6.1 Содержание ацетилена в атмосферном воздухе населенных мест не должно превышать действующих гигиенических нормативов государств — участников Соглашения о проведении согласованной политики в области стандартизации, метрологии и сертификации (далее — Соглашение).

6.2 Контроль сточных вод от производства карбида кальция осуществляется в соответствии с действующими гигиеническими требованиями государств — участников Соглашения.

С целью охраны атмосферного воздуха от загрязнения выбросами вредных веществ должен быть организован контроль содержания предельно допустимых выбросов. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ — по ГОСТ 17.2.3.02.

6.3 Отходы от производства карбида кальция подлежат временному хранению в закрытой таре в специально оборудованном месте и дальнейшей сдаче на переработку на лицензированное предприятие в соответствии с действующими санитарными правилами и нормами государств — участников Соглашения».

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2019—01—01.

Сноски 1, 2, 3, 4 к разделу 6 исключить.

Пункт 8.1.2. Заменить значения:

«97,3» на «94,7»;

«730» на «710».

Раздел 8 дополнить подразделом 8.5а (перед подразделом 8.6):

«8.5а Определение объемной доли фосфористого водорода в ацетилене

8.5а.1 Реактивы, растворы и аппаратура

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей от 80 % до 90 %.

Йод по ГОСТ 4159, раствор концентрации $c(1/2 I_2) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.), готовят по ГОСТ 25794.2.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Натрий серноватисто-кислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации 0,01 моль/дм³ (0,01 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, водный раствор с массовой долей 0,5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кадмий уксуснокислый, поглотительный раствор, готовят следующим образом: 27 г уксуснокислого кадмия растворяют в воде и при необходимости фильтруют. К раствору добавляют 10 см³ уксусной кислоты и 10 г уксуснокислого натрия, объем раствора доводят водой до 1 дм³ и хорошо перемешивают.

Колба коническая типа КН-500-34.

Колба плоскодонная типа КП-1000-34.

Воронки капельные.

Трубка U-образная типа КШ 14,5/23.

Склянки для промывания газов по ГОСТ 25336 типа СН-1-200.

Бутыли с тубусом по ГОСТ 25336 вместимостью 3 и 10 дм³.

Термометр ртутный стеклянный.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, допускается применение других весов с аналогичными технологическими и метрологическими характеристиками.

Бюретки, пипетки по нормативным документам или технической документации, пробирки, колбы, цилиндры по ГОСТ 1770 2-го класса точности, допускается применение другой посуды при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в соответствующих стандартах.

8.5а.2 Подготовка к анализу

Для определения фосфористого водорода в ацетилене из карбида кальция применяют прибор (рисунок 2а), состоящий из:

конической колбы для разложения карбида кальция вместимостью 500 см³ с присоединенной к ней капельной воронкой такой же вместимости, ванны для охлаждения колбы;

U-образной трубки, заполненной стеклянной ватой и плотно закрытой пробками (газ поступает и выходит через боковые отводы);

первой склянки для промывания газов;

второй склянки для промывания газов, снабженной фильтром ПОР 160 или ПОР 100 по ГОСТ 25336;

плоскодонной колбы, калиброванной по воде для определения фосфористого водорода, вместимостью 1 дм³ с присоединенной к ней капельной воронкой вместимостью от 50 до 100 см³;

большого аспиратора — двух бутылей с нижними тубусами вместимостью 15 дм³ каждая, соединенных между собой резиновым шлангом через тубусы, одна из бутылей плотно закрыта пробкой со вставленным в нее термометром;

малого аспиратора — двух склянок с нижними тубусами вместимостью 3 дм³ каждая, соединенных между собой через тубусы.

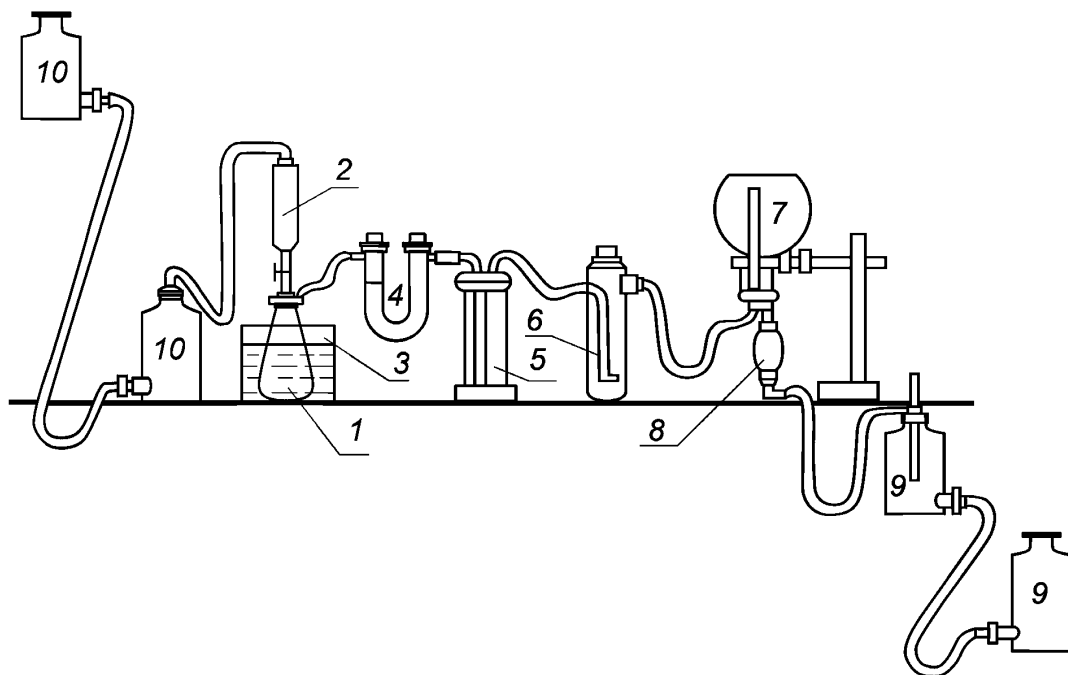
Коническую и плоскодонную колбы и одну бутылку большого аспиратора плотно закрывают резиновыми пробками с двумя отверстиями.

В одно отверстие пробки конической колбы вставляют капельную воронку так, чтобы нижний оттянутый конец ее диаметром около 3 мм выступил на 5—10 мм от нижней поверхности пробки.

В другое отверстие вставляют стеклянную изогнутую под прямым углом трубку, отводящую газ. Нижний конец трубки должен находиться на уровне нижней поверхности пробки.

В одно отверстие пробки плоскодонной колбы вставляют подводящую газ трубку, доходящую до дна колбы, в другое — капельную воронку, нижний конец которой должен быть на уровне нижней поверхности пробки. В пробку воронки плотно вставляют трубку, нижний конец которой должен находиться на уровне нижней поверхности пробки, а через верхний конец трубки весь прибор при помощи шланга соединяют с большим аспиратором.

Отдельные части прибора соединяются между собой, как указано на рисунке 2а, при помощи резиновых трубок.



1 — коническая колба; 2, 8 — капельные воронки; 3 — ванна для охлаждения колбы; 4 — U-образная трубка; 5 — склянка для промывания газа; 6 — склянка для промывания газа со стеклянным пористым фильтром; 7 — плоскодонная колба; 9 — большой аспиратор; 10 — малый аспиратор

Рисунок 2а — Установка для определения фосфористого водорода в ацетиле из карбида кальция

Перед определением краны капельных воронок смазывают вазелином, в склянки для промывания газа наливают около 50 см³ поглотительного раствора, плоскодонную колбу заполняют дистиллированной водой до пробки и ставят вверх воронкой.

Верхнюю бутылку большого аспиратора заполняют водой до пробки, а в нижней бутылки вода должна покрывать тубус. Затем все части прибора, за исключением конической колбы, соединяют между собой.

8.5а.3 Проведение анализа

Около 30 г карбида кальция, приготовленного по 8.3.5, взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака, и помещают в сухую коническую колбу. В ванну для охлаждения колбы наливают холодную воду, а колбу закрывают пробкой с воронкой 2.

Краны капельных воронок закрывают, в воронку 2 наливают дистиллированную воду и коническую колбу 1 присоединяют к прибору.

Прибор проверяют на герметичность, создавая в нем разрежение опусканием нижней бутылки большого аспиратора и осторожно открывая кран воронки 8.

Если система герметична, что узнают по прекращению прохождения пузырьков воздуха через склянки для промывания газов, приступают к разложению карбида кальция. Для этого осторожно открывают кран воронки 2 и по каплям пускают воду на карбид кальция.

Так как вначале разложение карбида кальция водой идет очень бурно, то в первый период разложения спуск воды должен быть не более 2—3 капель в 1 мин.

Разложение карбида кальция должно быть равномерным и продолжаться в течение 2—3 ч.

Пропустив первые 2—2,5 дм³ ацетилена, плоскодонную колбу для определения фосфористого водорода опрокидывают капельной воронкой вниз и закрепляют ее на штативе в положении, как указано на рисунке 2а.

После того как вся вода из колбы будет вытеснена газом, колбу возвращают в первоначальное положение, в котором она остается до конца разложения карбида кальция.

Во избежание потерь газа воронку 2 наполняют водой по мере расхода последней.

По окончании разложения карбида кальция коническую колбу заполняют водой для вытеснения оставшегося в ней газа. До половины объема ее заполняют при разрежении, последнюю же порцию воды для заполнения конической колбы подают под давлением. Для этого закрывают кран воронки 8 и зажимают резиновый шланг, соединяющий ее с большим аспиратором, а воронку 2 соединяют с малым аспиратором и создаваемым давлением вытесняют оставшийся газ из конической колбы.

После этого отделяют плоскодонную колбу от склянки для промывания газа с пористым стеклянным фильтром, зажав соединяющую их резиновую трубку зажимом. Затем разъединяют склянки для промывания газа и отделяют U-образную трубку от склянки для промывания газа 5. Следует соблюдать указанный порядок разъединения во избежание перетягивания растворов из одного сосуда в другой.

Заполненную ацетиленом плоскодонную колбу отделяют от большого аспиратора и вынимают пробку из воронки 8.

Для приведения газа в колбе к атмосферному давлению кран капельной воронки 8 на мгновение открывают, выпуская избыток газа, и отмечают атмосферное давление и температуру газа.

Для вытеснения оставшегося в воронке газа (при закрытом кране) ее заполняют водой, которую затем сливают. Эту операцию повторяют дважды.

Из бюретки в воронку 8 наливают 50 см³ раствора йода концентрации 0,01 моль/дм³ и через кран воронки осторожно, чтобы не попал воздух, переводят раствор йода в колбу, создавая давление в воронке. После этого ополаскивают воронку два-три раза дистиллированной водой, каждый раз так же осторожно, переводя промывные воды в колбу.

В течение 10 мин содержимое колбы энергично встряхивают, затем открывают кран воронки 8, снимают зажим с трубки и вынимают пробку из колбы. Трубку, пробку, горло и внутренние стенки колбы споласкивают водой и титруют избыток йода раствором серноватистокислого натрия концентрации 0,01 моль/дм³ в присутствии крахмала.

8.5а.4 Обработка результатов

Объемную долю фосфористого водорода (X_2), %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0,035(V_1 - V_2) 100}{V}, \quad (4а)$$

где V_1 — объем раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм³, см³;

V_2 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка йода, см³;

0,035 — объем фосфористого водорода, соответствующий 1 см³ раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм³, см³;

V — объем ацетилена, см³, равный объему плоскодонной колбы и приведенный к 101325 Па (760 мм рт. ст.) и 20 °С по формуле

$$X = \frac{V_k(P - W_t) 293}{P_0(273 + t)}, \quad (4б)$$

где V_k — объем колбы, см³;

P — атмосферное давление, Па (мм рт. ст.);

W_t — упругость паров воды при температуре t , Па (мм рт. ст.);

P_0 — нормальное давление, составляющее 101325 Па (760 мм рт. ст.);

t — температура газа при проведении определения, °С.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,004 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Подпункт 8.5.4.1 Заменить ссылку: «п. 2.70» на «п. 4.70».

Подпункт 8.6.4.1 Заменить ссылку: «п. 3.6.6а» на «, п. 5.6 (способ а))».

Пункт 9.2.1 дополнить словами: «или металлические листы толщиной не менее 0,5 мм».

Элемент «Библиография». Позиции [1] — [4] исключить.

(ИУС № 11 2018 г.)