

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КИСЛОТА САЛИЦИЛОВАЯ (2-ОКСИБЕНЗОЙНАЯ) ТЕХНИЧЕСКАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 624—70

Издание официальное

БЗ 9—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.7:547.587.11:006.354 Группа Л21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КИСЛОТА САЛИЦИЛОВАЯ (2-ОКСИБЕНЗОЙНАЯ) ТЕХНИЧЕСКАЯ

Технические условия

ГОСТ 624—70

Salicylic acid (2-oxybenzoic) for industrial use. Specifications

ОКП 24 7783 0100

Дата введения 01.01.71

Настоящий стандарт распространяется на техническую салициловую (2-оксибензойную) кислоту

Структурная формула 

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 138,12.

Техническая салициловая кислота применяется как полупродукт в анилино-красочной, фармацевтической, парфюмерной и других отраслях промышленности.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с изменениями

1.2а. В зависимости от области применения техническую салициловую кислоту изготовляют двух марок: А и Б.

Салициловую кислоту марки А применяют для изготовления только лекарственных средств, марки Б — для других целей.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

1.2. По физико-химическим показателям техническая салициловая кислота должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Марка А ОКП 24 7783 0130	Марка Б ОКП 24 7783 0140
1. Внешний вид	Кристаллический порошок от светло-розового до светло-бежевого цвета	Кристаллический порошок от светло-розового до бежевого цвета
2. Массовая доля салициловой кислоты, %, не менее	99,5	99,5
3. Температура начала плавления высушенного продукта, °С, не ниже	157,3	157,3
4. Массовая доля воды, %, не более	0,2	0,2
5. Массовая доля фенола, %, не более	0,05	0,05
6. Массовая доля золы, %, не более	0,3	0,3
7. Оптическая плотность раствора салициловой кислоты в серной кислоте при длине вол-ны не более:		
440 нм	0,1	0,4
400 нм	Не нормируется	

Примечания:

1. **(Исключено, Изм. № 3).**

2. По согласованию с потребителем для марки А оптическая плотность раствора салициловой кислоты в серной кислоте при длине волны 440 нм допускается не более 0,2.

3. Определение оптической плотности раствора салициловой кислоты в серной кислоте при длине волны 400 нм обязательно, результаты должны быть указаны в документе о качестве.

4. **(Исключено, Изм. № 3).**

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

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Техническая салициловая кислота — горючее вещество. Температура самовоспламенения 545 °С. Пылевоздушная смесь взрывоопасна. Нижний концентрационный предел воспламенения — 50 г/м^3.

При загорании следует тушить тонкораспыленной водой, химической и воздушно-механической пеной.

2а.2. Техническая салициловая кислота — вещество умеренно опасное (3-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007). Действует на нервную и дыхательную системы, печень и кровь. Кумулятивные свойства выражены умеренно. Обладает сильным раздражающим действием на кожу, слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей. Возможно проявление аллергенного действия.

Помещения, где проводят работы с продуктом, должны быть оборудованы общеобменной вытяжной вентиляцией, места возможного пыления — местными вентиляционными отсосами.

Технологический процесс должен быть механизирован. Защита окружающей среды должна быть обеспечена тщательной герметизацией технологического оборудования, очисткой загрязнения сточных вод. Газообразные отходы должны подаваться на локальное улавливание, жидкие отходы — на биохимическую очистку. Твердые отходы производства должны направляться в шламонакопитель и обезвреживаться в соответствии с действующими санитарными правилами «Порядок накопления, транспортировки, обезвреживания и захоронения токсичных промышленных отходов» № 3183 от 29.12.84.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2а.3. При работе с салициловой кислотой необходимо применять индивидуальные средства защиты по ГОСТ 12.4.103 и ГОСТ 12.4.011.

При попадании продукта на кожу и слизистые его следует удалять водой.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2б. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2б.1. Правила приемки — по ГОСТ 6732.1. Массовая доля воды определяется по требованию потребителя, а для изготовления лекарственных средств определяется в каждой партии.

Разд. 2б. **(Введен дополнительно, Изм. № 3).**

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1, 2.2. **(Исключены, Изм. № 2).**

2.3. Общие указания

Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ±0,0015 г.

Допускается применение других средств измерения (приборов) с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

2.4. Отбор проб — по ГОСТ 6732.2. Масса лабораторной пробы составляет 200—300 г.

2.3, 2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

2.5, 2.6. **(Исключены, Изм. № 3).**

2.7. Внешний вид продукта определяют визуально.

2.8. Определение массовой доли салициловой кислоты

2.8.1. *Реактивы, растворы, приборы*

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации точно c (NaOH)=0,5 моль/дм^3, коэффициент поправки к концентрации вещества в растворе определяют по янтарной кислоте по ГОСТ 25794.1.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360, раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Колба Кн по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 50 см^3 с ценой деления 0,1 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.8.2. *Проведение испытания*

Около 3,0000 г технической салициловой кислоты взвешивают и помещают в колбу, растворяют в 100 см^3 этилового спирта и титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии раствора фенолфталеина.

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

$$X = \frac{0{,}06906 \cdot V \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески салициловой кислоты, г;

0,06906 — масса салициловой кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значение допускаемого расхождения, равное 0,2 %, при доверительной вероятности P=0,95.

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

2.9. Температуру начала плавления салициловой кислоты определяют по ГОСТ 18995.4. Продукт предварительно высушивают в эксикаторе по п. 2.10 и тонко растирают в ступке.

2.10. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 21119.1, разд. 1; для определения берут навеску салициловой кислоты массой 6 г.

Допускается определять массовую долю воды по ГОСТ 14870, разд. 2.

При возникновении разногласий определение проводят по ГОСТ 21119.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.11. Определение массовой доли фенола

2.11.1. *Реактивы, растворы, приборы*

Фенол с температурой кристаллизации не ниже 40,6 °С.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830, ч.д.а.

Хлорбензол для хроматографии.

Хлороформ фармакопейный или по ГОСТ 20015.

4-Аминоантипирин чистый, водный раствор с массовой долей 2 %.

Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206, х.ч., водный раствор с массовой долей 8 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х.ч.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х.ч.

Буферный раствор с pH 9,8—10; представляет собой раствор хлористого аммония с массовой долей 20 % в водном аммиаке.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Смесь спирта с хлороформом; готовят следующим образом:

смешивают изоамиловый спирт с хлороформом в соотношении 1:1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., раствор концентрации c (NaOH)=1,0 моль/дм^3 (1 н.).

Формамид чистый, раствор с массовой долей 20 % в этиловом спирте.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага для хроматографии по ТУ 13—7308001—778 марки С или М.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Колба 2—25—2 по ГОСТ 1770.

Воронка ВД-50 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—10—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 0,5 см^3.

Пипетка вместимостью 1,0 см^3.

Часы песочные.

Стакан вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Термошкаф.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

2.11.2. *Приготовление образцов для градуировки*

Около 0,1000 г фенола взвешивают и переносят количественно водой в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора в колбе доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

В две делительные воронки вместимостью 50 см^3 каждая наливают по 10 см^3 раствора гидроокиси натрия и затем вносят пипеткой в одну воронку 0,5 см^3, а в другую 1 см^3 исходного раствора фенола. После этого прибавляют в каждую воронку по 5 см^3 буферного раствора, по 2,5 см^3 раствора 4-аминоантипирина и по 2,5 см^3 раствора железосинеродистого калия, тщательно перемешивая содержимое воронки после прибавления каждого из растворов.

Окрашенные растворы в воронках экстрагируют смесью спирта с хлороформом, используя для первой экстракции 10 см^3, а для последующих по 4—5 см^3 смеси. Продолжительность отстаивания при первой экстракции 10—15 мин, а при последующих 5 мин. Экстракцию продолжают до тех пор, пока экстракт не перестанет окрашиваться.

Нижний слой после каждой экстракции сливают в мерные колбы вместимостью по 25 см^3.

Объем растворов в колбах доводят до метки смесью спирта с

хлороформом и тщательно перемешивают. Получают два образца для градуировки с массовой долей фенола 0,05 и 0,10 %.

2.11.1, 2.11.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

2.11.3. *Подготовка хроматографической бумаги*

Из хроматографической бумаги вырезают круг диаметром 16—18 см. Из центра бумажного круга очерчивают графитовым карандашом окружность радиусом 2 см (стартовая линия) и в ее центре вырезают отверстие радиусом 0,3 см.

Бумагу пропитывают спиртовым раствором формамида и сушат в вытяжном шкафу в течение 20 мин.

В качестве проявляющего раствора используют хлорбензол, насыщенный формамидом.

2.11.4. *Подготовка пробы*

Около 1,0000 г тщательно растертой салициловой кислоты взвешивают, помещают в стакан и растворяют в 10 $см^3$ раствора гидроокиси натрия. Раствор количественно переносят в делительную воронку вместимостью 50 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ буферного раствора, 2,5 $см^3$ раствора 4-аминоантипирина и 2,5 $см^3$ раствора железосинеродистого калия, тщательно перемешивая содержимое воронки после прибавления каждого из растворов.

Полученное окрашенное вещество экстрагируют смесью спирта с хлороформом, используя для первой экстракции 10 $см^3$, а для последующих по 4—5 $см^3$ смеси. Продолжительность отстаивания при первой экстракции 10—15 мин, а при последующих 5 мин. Экстракцию продолжают до тех пор, пока экстракт не перестанет окрашиваться.

Нижний слой после каждой экстракции сливают в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Объем раствора в колбе доводят до метки смесью изоамиловый спирт: хлороформ (1:1) и тщательно перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.11.5. *Проведение испытания*

Одним и тем же капилляром с меткой, отмечающей объем капли (приблизительно 0,01 $см^3$) или микропипеткой на стартовую линию на расстоянии 1,5 см друг от друга наносят последовательно по капле каждого из двух образцов для градуировки и каплю раствора испытуемой салициловой кислоты (диаметр мокрого пятна на хроматограмме приблизительно 1 см).

В отверстие круга вставляют фитиль из фильтровальной бумаги, свернутый конусом, основание которого опускают в стакан, заполненный на 4/5 объема хлорбензолом, насыщенным формамидом.

Стакан помещают на дно эксикатора, который служит камерой для хроматографирования. Хроматографирование ведут до тех пор, пока линия фронта растворителя не сдвинется на 5—6 см. Затем хроматограмму вынимают из эксикатора и сушат в сушильном шкафу в течение 15 мин.

Производное фенола обнаруживается в виде полоски малинового цвета с $R_f \approx 0{,}8$ (R_f — относительное положение зоны испытуемого вещества).

Интенсивность окраски полосы производного фенола в испытуемой пробе не должна превышать интенсивности окраски полосы, образованной образцом для градуировки с массовой долей фенола 0,05 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.12. Массовую долю золы в технической салициловой кислоте определяют по ГОСТ 21119.10 методом определения золы прокаливанием.

Масса навески — 5 г.

Допускается сжигание навески продукта в передней части муфельной печи.

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

2.13. Определение оптической плотности раствора салициловой кислоты в серной кислоте

2.13.1. *Приборы и реактивы*

Фотоэлектроколориметр любой марки.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Колба 2—10—2 по ГОСТ 1770.

2.13.2. *Проведение анализа*

Около 0,1000 г технической салициловой кислоты взвешивают и растворяют в 10 $см^3$ серной кислоты. Измеряют оптическую плотность полученного раствора на фотоэлектроколориметре при длине волны λ=440 и 400 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм.

2.13.1, 2.13.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

3.1. Техническую салициловую кислоту упаковывают по ГОСТ 6732.3 в картонные навивные барабаны БКН III—36 по ГОСТ 17065 с полиэтиленовым мешком-вкладышем, фанерные барабаны ФБ 5—1 исполнения В и Г по ГОСТ 9338 с полиэтиленовым мешком-вкла-

дышем, четырех-, пятислойные мешки марки ПМ по ГОСТ 2226 с полиэтиленовым мешком-вкладышем или четырех-, пятислойные мешки марки НМ по ГОСТ 2226.

По согласованию с потребителем допускается упаковывать техническую салициловую кислоту в мягкие контейнеры разового пользования марки МКР-1, ОМ или в контейнеры многоразового использования марки МКО-1, ОС.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Маркировка — по ГОСТ 6732.4 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от влаги».

Классификационный шифр опасности 9163 по ГОСТ 19433.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.3. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.4. Транспортирование по ГОСТ 6732.5 в пакетированном виде.

Допускается упакованный продукт транспортировать железнодорожным транспортом в непакетированном виде по согласованию с потребителем с погрузкой и выгрузкой на подъездных путях грузоотправителя (грузополучателя).

Техническую салициловую кислоту транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Техническую салициловую кислоту по железной дороге транспортируют повагонно или мелкими отправками.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.5. Техническую салициловую кислоту хранят в упакованном виде в крытых сухих складских помещениях.

4. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

4.1. Изготовитель гарантирует соответствие технической салициловой кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

Гарантийный срок хранения продукта — 1 год с момента изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

Разд. 5. **(Исключен, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности**

РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.В. Лянде, И.В. Шиканова, М.А. Чекалин, А.А. Черкасский, А.А. Ковтюк

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 07.04.70 № 460**

3. **Срок проверки — 1994 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 624—57**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	2а.2
ГОСТ 12.4.011—89	2а.3
ГОСТ 12.4.103—83	2а.3
ГОСТ 1770—74	2.8.1; 2.11.1; 2.13.1
ГОСТ 2226—88	3.1
ГОСТ 3760—79	2.11.1
ГОСТ 3773—72	2.11.1
ГОСТ 4204—77	2.13.1
ГОСТ 4206—75	2.11.1
ГОСТ 4328—77	2.8.1; 2.11.1
ГОСТ 4919.1—77	2.8.1
ГОСТ 5830—79	2.11.1
ГОСТ 6709—72	2.11.1
ГОСТ 6732.1—89	2б.1
ГОСТ 6732.2—89	2.4
ГОСТ 6732.3—89	3.1
ГОСТ 6732.4—89	3.2
ГОСТ 6732.5—89	3.4

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 9338—80	3.1
ГОСТ 12026—76	2.11.1
ГОСТ 14870—77	2.10
ГОСТ 17065—94	3.1
ГОСТ 18300—87	2.8.1; 2.11.1
ГОСТ 18995.4—73	2.9
ГОСТ 19433—88	3.2
ГОСТ 20015—88	2.11.1
ГОСТ 21119.1—75	2.10
ГОСТ 21119.10—75	2.12
ГОСТ 24104—88	2.3
ГОСТ 25336—82	2.8.1; 2.11.1
ГОСТ 25794.1—83	2.8.1
ГОСТ 27025—86	2.3
ТУ 6—09—5360—88	2.8.1
ТУ 13—7308001—778—89	2.11.1

6. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—12—94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1981 г., июле 1987 г., апреле 1992 г. (ИУС 11—81, 11—87, 7—92)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.01.97. Подписано в печать 17.02.97. Усл.-печ. л. 0,47. Усл.-изд. л. 0,67. Тираж 222 экз. С/Д 2173. Зак. 263.

gost.e-ecolog.ru

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.