

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КИСЛОТА АДИПИНОВАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 10558—80

Издание официальное

БЗ 8—95

"""К ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.733:547.461.6:006.354 Группа Л21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КИСЛОТА АДИПИНОВАЯ

Технические условия

ГОСТ 10558—80

Adipic acid.
Specifications

ОКП 24 3162

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт распространяется на адипиновую кислоту, получаемую окислением циклогексанола, циклогексанона или их смесей азотной кислотой, и предназначенную для нужд народного хозяйства и экспорта.

Требования настоящего стандарта являются обязательными, кроме требований к внешнему виду, массовой доле воды, массовой доле азотной кислоты, массовой доле окисляемых веществ в пересчете на щавелевую кислоту, цветности расплава по платиново-кобальтовой шкале, которые являются рекомендуемыми.

Формула $HOOC(CH_2)_4COOH$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 146,15.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Е

★

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1996
Переиздание с изменениями

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		Метод анализа
	Высший сорт ОКП 24 3162 0120	Первый сорт ОКП 24 3162 0130	
1. Внешний вид	Белое кристаллическое вещество		По п. 4.2
2. Массовая доля адипиновой кислоты, %, не менее	99,7	99,7	По п. 4.3
3. Цветность раствора по платино-кобальтовой шкале, ед. Хазена, не более	5	20	По п. 4.4
4. Температура плавления, °С, не ниже	151,5	151,0	По п. 4.6
5. Массовая доля воды, %, не более	0,27	0,30	По п. 4.7
6. Массовая доля золы, %, не более	0,003	0,005	По п. 4.8
7. Массовая доля азотной кислоты, %, не более	0,0010	0,008	По п. 4.9
8. Массовая доля железа, %, не более	0,0001	0,0003	По п. 4.10
9. Массовая доля окисляемых веществ в пересчете на щавелевую кислоту, %, не более	0,006	0,007	По п. 4.11
10. Цветность расплава по платино-кобальтовой шкале, ед. Хазена, не более	50	Не нормируется	По п. 4.12

Примечание. Показатель «цветность расплава по платиново-кобальтовой шкале» при поставке продукта на экспорт определяют в каждой партии.

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

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Адипиновая кислота малотоксична. Пыль и аэрозоли адипиновой кислоты вызывают раздражение слизистых верхних дыхательных путей.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) адипиновой кислоты в воздухе рабочей зоны — 4 мг/м^3. Класс опасности — 3 по ГОСТ 12.1.005.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Взвешенная в воздухе пыль взрывоопасна: беззольная пыль фракцией 850 мк с влажностью 0,5 % имеет нижний предел взрываемости 40,3 г/м^3.

2.3. Адипиновая кислота — твердое горючее вещество. Температура воспламенения 320 °С, температура самовоспламенения 410 °С.

2.4. Индивидуальными средствами защиты являются: защитные очки, противопылевой респиратор, резиновые перчатки, спецодежда, а также следует соблюдать правила личной гигиены.

2.5. При загорании адипиновой кислоты необходимо применять средства пожаротушения: песок, химическую пену, тонкораспыленную воду, инертный газ, асбестовое одеяло, порошковые и газовые огнетушители.

2.6. Производственные помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Оборудование должно быть герметичным.

2.7. Контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться методами, утвержденными Минздравом.

2.6, 2.7. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Адипиновую кислоту принимают партиями. Партией считают продукт, однородный по своим качественным показателям, сопровождаемый одним документом о качестве, массой не более 60 т.

Документ должен содержать:

а) наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

б) наименование и сорт продукта;

в) номер партии;

г) дату изготовления;

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

е) количество упаковочных единиц в партии;

ж) обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Для проверки качества адипиновой кислоты на соответствие ее показателей требованиям настоящего стандарта отбирают 2 % единиц продукции, но не менее 5 единиц от партии, состоящей менее чем из 250 единиц.

3.3. Нормы по показателям 2, 4, 8 табл. 1 определяют периодически по требованию потребителя, но не реже одного раза в неделю.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ удвоенной выборки от той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания

4.1а.1. Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.1а, 4.1а.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4.1а.2. Общие указания по проведению анализов — по ГОСТ 27025.

При взвешивании используют лабораторные весы типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

4.1. Отбор проб

4.1.1. Точечные пробы из мешков отбирают щупом, погружая его на $^1/_3$ глубины.

Допускается у изготовителя точечные пробы отбирать: от движущегося потока (после сушки) механическим или щелевидным пробоотборником непрерывно или через равные интервалы времени методом полного пересечения струи в местах перепада потока; из незашитых (незаваренных) мешков — щупом, погружая его на $^1/_3$ глубины мешка, или совком.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.1.2. Точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и сокращают на механическом сократителе любой конструкции или путем квартования до объединенной пробы массой не менее 0,5 кг.

4.1.3. Полученную объединенную пробу помещают в чистую сухую стеклянную банку с притертой пробкой или пакет из полиэтилена. На банку наклеивают, а в пакет вкладывают этикетку с обозначениями: наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы, наименования предприятия-изготовителя и обозначения настоящего стандарта.

Перед каждым анализом объединенную пробу тщательно перемешивают.

4.1.2, 4.1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.2. Определение внешнего вида

Около 10,0 г продукта равномерно рассыпают на ровной поверхности и рассматривают невооруженным глазом при дневном освещении или освещении лампой дневного света на белом фоне.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3. Определение массовой доли адипиновой кислоты

4.3.1. *Реактивы, посуда*

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH)=0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), не содержащий карбонатов, готовят по ГОСТ 25794.1. Коэффициент поправки устанавливают по янтарной или щавелевой кислоте.

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретки вместимостью 10 и 25 см^3.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Капельница 2—50 ХС по ГОСТ 25336.

4.3.2. *Проведение анализа*

0,2000—0,3000 г анализируемой адипиновой кислоты помещают в колбу и растворяют без нагревания в смеси, состоящей из 20 см^3 изопропилового спирта и 30 см^3 дистиллированной воды. К полученному раствору добавляют 3 капли раствора фенолфталеина, перемешивают и титруют раствором гидроокиси натрия до устойчивой слабо-розовой окраски.

Одновременно в тех же условиях и с теми же реактивами, но без анализируемой пробы, проводят контрольный анализ.

4.3.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{(V - V_1)\ 0{,}0365\ \ 100}{m},$$

где V — объем раствора молярной концентрации точно c (NaOH)=0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), израсходованный на титрование раствора анализируемой пробы, см^3;

V_1 — объем раствора молярной концентрации точно c (NaOH)=0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), израсходованный на титрование при контрольном анализе, см^3;

0,0365 — масса адипиновой кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора молярной концентрации точно c (NaOH)=0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), г;

m — масса навески адипиновой кислоты, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 0,4 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±0,3 % при доверительной вероятности P=0,95.

Допускается определение массовой доли адипиновой кислоты проводить по методу, приведенному в приложении 1. При разногласиях в оценке массовой доли адипиновой кислоты применяют метод титрования.

4.3.1—4.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

4.4. Определение цветности раствора по платиново-кобальтовой шкале

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.4.1. *Приборы, реактивы, посуда*

Спектрофотометр типа СФ-16.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гексахлорплатинат калия.

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

Кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

Стакан В-1—250 ТС по ГОСТ 25336.

Колба 2—100(1000)—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1, 2 и 5 см^3.

Воронка В-36—50 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

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

4.4.2. *Подготовка к анализу*

4.4.2.1. *Приготовление платиново-кобальтовой шкалы*

Растворы платиново-кобальтовой шкалы готовят по ГОСТ 14871 от 0 до 20 единиц цветности, включая цветность 3 единицы. Для приготовления раствора 3-х единиц цветности берут 1,5 см^3 основного раствора.

Измеряют оптическую плотность полученных растворов по отношению к контрольному раствору при длине волны λ = 390 нм. В качестве контрольного раствора используют дистиллированную воду.

Вычисляют коэффициент K_1 для каждого раствора сравнения по формуле

$$K_1 = \frac{A}{D},$$

где A — цветность по платиново-кобальтовой шкале;

D — оптическая плотность.

Расчетный коэффициент, используемый для расчета цветности, получают как среднее из всех найденных значений

$$K = \frac{\Sigma K_1}{5},$$

где ΣK_1 — сумма коэффициентов, вычисленных для каждого раствора сравнения;

5 — число растворов сравнения.

Коэффициент проверяют один раз в 6 мес.

4.4.3. *Проведение анализа*

Взвешивают 10,0000 г анализируемой адипиновой кислоты, помещают в стакан, приливают 95 см^3 раствора аммиака с массовой долей 10 %, растворяют при комнатной температуре и фильтруют. Измеряют оптическую плотность фильтрата по п. 4.4.2. В качестве контрольного раствора используют раствор аммиака с массовой долей 10 %.

4.4.2.1, 4.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

4.4.4. *Обработка результатов*

Цветность раствора (X_1) по платиново-кобальтовой шкале в единицах Хазена вычисляют по формуле

$$X_1 = D \cdot K,$$

где D — оптическая плотность раствора адипиновой кислоты;

K — расчетный коэффициент.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.5—4.5.3. **(Исключены, Изм. № 1).**

4.6. Определение температуры плавления

Температуру плавления определяют по ГОСТ 18995.4, используя при этом капилляры диаметром 1,0—1,2 мм, термометр с ценой деления 0,1 °С и высушенную адипиновую кислоту по п. 4.7. Скорость нагрева в интервале последних 10 °С — 1 градус в минуту.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 0,2 %.

При разногласиях в оценке определения температуры плавления пользуются прибором ПТП.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±0,2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.7. Определение массовой доли воды

4.7.1. *Проведение анализа*

Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870 методом Фишера или высушиванием.

Перед анализом пробу предварительно растирают.

При определении массовой доли воды методом высушивания навеска анализируемой адипиновой кислоты должна быть 5,0000 г. Высушивание производят 2 ч в стаканчике СН-60/14 (ГОСТ 25336) при температуре 100—105 °С. Высушенную пробу используют для определения температуры плавления.

При определении массовой доли воды методом Фишера 2,0000—5,0000 г адипиновой кислоты растворяют в колбе для титрования в смеси 20 $см^3$ пиридина и 10 $см^3$ метанола. Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов, но без анализируемой пробы, проводят контрольный анализ.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.7.2. *Обработка результатов*

Массовую долю воды (X_2) в процентах при определении методом высушивания вычисляют по ГОСТ 14870. При определении методом Фишера — по формуле

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

где V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование анализируемой пробы, $см^3$;

V_1 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование контрольной пробы, $см^3$;

C — точная концентрация реактива Фишера, $г/см^3$;

m — масса навески адипиновой кислоты, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±6 % при доверительной вероятности P=0,95.

При разногласиях в оценке массовой доли воды пользуются методом Фишера с использованием электрометрического титрования.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.8.1а. *Приборы и посуда*

Тигель высокий 4,5 по ГОСТ 9147.

Тигель ПЛ 100—10(11) по ГОСТ 6563.

Чашка ПЛ 115—4 по ГОСТ 6563.

Электроплитка ЭСЧШ 4—2—3, 4/2, 3—220 по ГОСТ 14919.

Эксикатор 1—250 по ГОСТ 25336.

Печь муфельная.

Баня песчаная.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.8. Определение массовой доли золы

4.8.1. *Проведение анализа*

Взвешивают 40,00 г анализируемой адипиновой кислоты в предварительно прокаленных до постоянной массы чашке или тигле. Осторожно сжигают на песчаной бане или асбестовой сетке, нагреваемой пламенем газовой горелки или на плитке до полного обугливания.

Тигель или чашку ставят в муфельную печь, нагретую до температуры 200 °С, и сжигают в открытой печи, не допуская вспышки. Прокаливают при температуре 500—600 °С до постоянной массы, после этого охлажденный в эксикаторе тигель взвешивают (результат взвешивания, в граммах, записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Золу используют для анализа железа по п. 4.10.

Для контроля постоянства массы остатка после прокаливания проводят повторное прокаливание тигля с остатком в течение 30 мин с последующим его взвешиванием.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.8.2. *Обработка результатов*

Массовую долю золы (X_3) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса прокаленной чашки (тигля), г;

m_2 — масса прокаленной чашки (тигля) с золой, г;

m — масса адипиновой кислоты, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.9. Определение массовой доли азотной кислоты

4.9.1. *Приборы, реактивы и посуда*

Цилиндр 1(3)—25—2 по ГОСТ 1770.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Воронка В-36—50 ХС по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3.

Карбамид по ГОСТ 6691, раствор с массовой долей 20 %.

Натрий салициловокислый, раствор с массовой долей 10 %.

Раствор нитрат-иона, содержащий 0,1 мг/см^3 нитрат-иона, готовят по ГОСТ 4212 и разбавляют водой 1:10.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 со светофильтром λ = 400 нм и кюветами с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Колба 2—50(100)—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 25 см^3 с ценой деления 0,05 см^3.

Пипетки вместимостью 0,1; 0,2; 1 и 5 см^3.

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

4.9.2. *Подготовка к анализу*

4.9.2.1. *Построение градуировочного графика*

В шесть мерных колб вместимостью 50 см^3 вносят 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 см^3 раствора нитрат-иона и доводят водой объем до 2 см^3 по табл. 4.

Таблица 4*

Объем раствора нитрат-иона, см^3	0,05	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50
Объем дистиллированной воды, см^3	1,95	1,90	1,80	1,70	1,60	1,50

* Таблицы 2, 3 исключены.

В каждую колбу прибавляют 0,5 см³ раствора карбамида, 0,25 см³ раствора салициловокислого натрия и нагревают на водяной бане при температуре 80 °С в течение 5 мин и осторожно прибавляют 3 см³ серной кислоты. Растворы выдерживают в течение 5 мин, добавляют 10—15 см³ горячей воды, 25 см³ раствора гидроокиси натрия, охлаждают, доводят объемы водой до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов сравнения относительно контрольного раствора.

В качестве контрольного раствора используют раствор, содержащий все реактивы, за исключением раствора нитрат-иона.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу в миллиграммах нитрат-ионов, а по оси ординат — оптическую плотность.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.9.3. *Проведение анализа*

2,0000—3,0000 г адипиновой кислоты высшего сорта или 0,5000 г адипиновой кислоты первого сорта помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 2 см³ воды, 0,5 см³ раствора карбамида, 0,25 см³ раствора салицилового натрия и нагревают на водяной бане при температуре 80 °С в течение 5 мин. Осторожно прибавляют 3 см³ серной кислоты, выдерживают в течение 5 мин, прибавляют 10—15 см³ горячей воды, 25 см³ раствора гидроокиси натрия, охлаждают и доводят водой до метки. Измеряют оптическую плотность анализируемого раствора.

По градуировочному графику находят массу в миллиграммах нитрат-иона в растворе.

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

4.9.4. *Обработка результатов*

Массовую долю азотной кислоты(X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{a \cdot 100 \cdot 1{,}016}{m \cdot 1000},$$

где a — масса нитрат-иона, найденная по градуировочному графику, мг;

1,016 — коэффициент пересчета нитрат-иона на азотную кислоту;

m — масса адипиновой кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.10. Определение массовой доли железа

4.10.1. *Проведение анализа*

Массовую долю железа определяют по ГОСТ 10555 роданидным методом фотоколориметрически с предварительным окислением железа азотной кислотой.

Раствор, содержащий 0,01 мг/см³ железа, готовят по ГОСТ 4212, при этом растворы разбавляют раствором концентрации c (1/2 H_2SO_4)=0,01 моль/дм³ (0,01 н.) серной кислоты 1:100.

Для построения градуировочного графика берут 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 см³ раствора железа.

Железо определяют из золы, полученной по п. 4.8. Для этого в чашку или тигель с золой приливают 1—2 см³ соляной кислоты и подогревают до полного растворения осадка, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают — анализируемый раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.10.2. *Обработка результатов*

Массовую долю железа (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot 20 \cdot m},$$

где a — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески адипиновой кислоты, взятая по п. 4.8, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности P=0,95.

Допускается определение массовой доли железа проводить по методу, приведенному в приложении 2.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят роданидным методом в соответствии с п. 4.10.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.11. Определение массовой доли окисляемых веществ в пересчете на щавелевую кислоту

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.11.1. *Реактивы, растворы, посуда*

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Бюретка вместимостью 5 $см^3$.
Колба Кн-2—500—50 ТХС по ГОСТ 25336.
Цилиндр 1(3)—50—2, 1(3)—250—2 по ГОСТ 1770.
Электроплитка ЭСЧШ 4—2—3, 4/2,2—220 по ГОСТ 14919.

4.11.2. *Проведение анализа*

30,00 г анализируемой адипиновой кислоты помещают в колбу, приливают 150 $см^3$ воды, 30 $см^3$ раствора серной кислоты, нагревают до полного растворения адипиновой кислоты, не доводя раствор до кипения. Полученный раствор при температуре 80—85 °С титруют раствором марганцовокислого калия до розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Одновременно в тех же условиях и с теми же реактивами, но без анализируемой пробы, проводят контрольный анализ.

4.11.3. *Обработка результатов*

Массовую долю окисляемых веществ в пересчете на щавелевую кислоту (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}0045 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$)=0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), израсходованный на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$)=0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), израсходованный на титрование при контрольном анализе, $см^3$;

0,0045 — масса безводной щавелевой кислоты, соответствующая 1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$)=0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), г;

m — масса навески адипиновой кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 15 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±13 % при доверительной вероятности P=0,95.

4.11.1—4.11.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

4.12. Определение цветности расплава по платиново-кобальтовой шкале

4.12.1. *Приборы, посуда*

Шкаф сушильный типа СНОЛ 3,5.3,5.3,5/3.5—4.1, обеспечивающий температуру нагрева (250±2) °С.

Пробирки П2Т-25(50) ТС по ГОСТ 25336.

Стакан В-2—100 ТС по ГОСТ 25336.

Щипцы тигельные.

Штатив для пробирок.

4.12.2. *Приготовление растворов платиново-кобальтовой шкалы*

Растворы платиново-кобальтовой шкалы готовят по ГОСТ 14871 от 10 до 60 единиц Хазена.

4.12.3. *Проведение анализа*

15,00—20,00 г анализируемой адипиновой кислоты помещают в пробирку. Пробирку с пробой устанавливают в стакан и помещают в предварительно нагретый до температуры 150—170 °С сушильный шкаф, поднимают температуру в шкафу до (250±2) °С и выдерживают при этой температуре в течение 10 мин.

После расплава пробы адипиновой кислоты пробирку вынимают из сушильного шкафа и сравнивают визуально на белом фоне цвет расплава анализируемой адипиновой кислоты с наиболее близкими по интенсивности цвета растворами платиново-кобальтовой шкалы при дневном свете или освещении лампой дневного света.

4.12.4. *Обработка результатов*

Цветность расплава анализируемой пробы выражают в единицах Хазена, которые соответствуют раствору шкалы с такой же интенсивностью цвета, что и у анализируемой пробы.

Если цветность расплава анализируемой пробы находится между цветами двух последовательных растворов шкалы Хазена, за результат анализа принимают число единиц Хазена, соответствующее раствору с более интенсивным цветом.

4.12—4.12.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Адипиновую кислоту упаковывают в полиэтиленовые мешки-вкладыши, вложенные в четырехслойные бумажные непропитанные мешки по ГОСТ 2226, марки НМ или в открытые ламинированные мешки с одним слоем ламинированной полиэтиленом мешочной бумаги и пятью слоями из непропитанной мешочной бумаги по ГОСТ 2226, марки ПМ. При этом слой ламинированной полиэтиленом мешочной бумаги должен соприкасаться с продуктом. Масса нетто продукта 30 кг. Предельное отклонение массы ±0,4 кг.

5.2. Мешки совместно зашивают или полиэтиленовые — заваривают, а бумажные — зашивают, при этом зашивка и заварка мешков

должны исключить просыпание продукта через шов. Мешки зашивают машинным способом.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.3. Адипиновую кислоту, поставляемую в районы Крайнего Севера, упаковывают в соответствии с ГОСТ 15846.

Адипиновую кислоту, предназначенную на экспорт, упаковывают и маркируют по ГОСТ 26319 и в соответствии с заказом-нарядом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением на тару манипуляционного знака «Беречь от влаги» и знака опасности по ГОСТ 19433 (классификационный шифр 9153).

Транспортная маркировка должна содержать следующие данные, характеризующие продукцию:

наименование продукта, сорт;

номер партии и дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

Маркировочные данные наносят на поверхность мешка печатью, трафаретом, а также наклеиванием или пришиванием ярлыков.

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

5.5. Адипиновую кислоту транспортируют повагонно в крытых железнодорожных вагонах, закрытых палубных судах и крытым автотранспортом в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

Допускается транспортирование адипиновой кислоты мелкими партиями в сборных железнодорожных вагонах с дополнительной упаковкой в плотные деревянные ящики по ГОСТ 2991 типов I, II—1, II—2, III—1, III—2, III—3 или по ГОСТ 5959 типов III, IV, V, VI.

По согласованию с потребителем продукт транспортируют в пакетированном виде в соответствии с ГОСТ 26663.

5.6. Адипиновая кислота в упакованном виде должна храниться в закрытых сухих складских помещениях при температуре не выше 50 °С.

5.5, 5.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие адипиновой кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования продукта.

6.2. Гарантийный срок хранения адипиновой кислоты — один год со дня изготовления.

6.1, 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

Определение массовой доли адипиновой кислоты (расчетный метод)

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

$$X=100-(X_2+X_3+X_4+X_6),$$

где X_2 — массовая доля воды, определенная по п. 4.7, %;
X_3 — массовая доля золы, определенная по п. 4.8, %;
X_4 — массовая доля азотной кислоты, определенная по п. 4.9, %;
X_6 — массовая доля окисляемых веществ в пересчете на щавелевую кислоту, определенная по п. 4.11, %.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

Определение массовой доли железа (ускоренный метод)

1. Приборы, посуда, реактивы, растворы

Спектрофотометр типа СФ-46.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 50 мм.

Потенциометр типа рН-340.

Электроплитка типа ЭПШ 1—0,8/220 по ГОСТ 14919.

Бюретка вместимостью 10 $см^3$.

Колбы 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$.

Стакан В-2—50 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—25—2 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовой долей 12 и 25 % (концентрированный), мольную концентрацию которых устанавливают объемным методом: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят пипеткой 1 $см^3$ концентрированного раствора аммиака, добавляют дистиллированную воду до метки и перемешивают. Затем отбирают 10 $см^3$ полученного раствора, титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ в присутствии индикатора (метилового оранжевого).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 18 %, растворы молярной концентрации c (HCl)=0,1 моль/$дм^3$ и c (HCl)=0,01 моль/$дм^3$; готовят по ГОСТ 25794.1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., раствор с массовой долей 10 %.

Метиловый оранжевый (индикатор) по ТУ 6—09—5171, раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Раствор, содержащий железо, готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 готовят раствор, содержащий 0,01 мг железа в 1 см^3.

Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

1,10-фенантролин солянокислый, раствор молярной концентрации 0,02 моль/дм^3 готовят следующим образом: 0,2347 г 1,10-фенантролина солянокислого взвешивают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют около 30 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и доводят водой до метки.

Раствор хранят в темном месте.

2. Построение градуировочного графика

Для приготовления растворов сравнения в шесть стаканов вносят бюреткой 0,25; 0,50; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см^3 раствора железа, что соответствует 0,0025; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025 мг железа. Доводят объемы растворов водой до 30 см^3 и перемешивают. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железа. В каждый раствор добавляют 1 см^3 раствора уксусной кислоты, 1 см^3 раствора сернокислого гидроксиламина, 2 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 18 % и 1 см^3 раствора солянокислого 1,10-фенантролина.

pH раствора устанавливают на потенциометре от 3,4 до 3,6 раствором аммиака с массовой долей 12 %. Затем содержимое стаканов количественно переносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность этих растворов на спектрофотометре при длинах волн λ_1=510 нм (A_1) и λ_2=600 нм (A_2). Находят разность (ΔA) оптической плотности для каждого раствора сравнения

$$\Delta A = \Delta A_1 - \Delta A_2,$$

где ΔA_1 — разность значений оптической плотности для раствора сравнения при λ_1=510 нм и λ_2=600 нм;

ΔA_2 — разность значений оптической плотности для контрольного раствора при двух длинах волн (λ_1=510 нм и λ_2=600 нм).

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу железа в миллиграммах, а по оси ординат — разность оптических плотностей растворов сравнения (ΔA).

Градуировочный график проверяют 1 раз в 90 дней.

3. Проведение анализа

10,00 г адипиновой кислоты помещают в стакан, прибавляют 10 см^3 дистиллированной воды, 2 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 18 %. Раствор нагревают до кипения, периодически помешивая, и кипятят в течение 10 мин. Затем добавляют около 15 см^3 дистиллированной воды и доводят раствор до кипения. Стакан с раствором снимают с плитки, добавляют 1 см^3 сернокислого гидроксиламина и после начала кристаллизации адипиновой кислоты добавляют при перемешивании по каплям концентрированный раствор аммиака, объем которого (V) в кубических сантиметрах вычисляют по формуле

$$V = \frac{m \cdot n \cdot 1000}{146{,}15 \cdot c} = \frac{95}{c},$$

где m — масса навески адипиновой кислоты, г;

n — молярный избыток аммиака, равный 1,4;

146,15 — молекулярная масса адипиновой кислоты, г;

c — молярная концентрация аммиака, моль/дм^3.

Допускается устанавливать pH раствора на потенциометре концентрированным раствором аммиака до 3,4—3,6.

Затем добавляют 1 см^3 раствора солянокислого 1,10-фенантролина и полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре при длинах волн λ_1=510 нм (A_1) и λ_2=600 нм (A_2). Находят разность оптических плотностей для анализируемого раствора, как при построении градуировочного графика.

4. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

m_2 — масса навески адипиновой кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности P=0,95.

Приложения 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

И.А. Рыжак, Н.Н. Мукомел, З.И. Сухарева, З.М. Ольховая, Н.Я. Лубяницкий, Н.С. Безгубенко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.03.80 № 1145**

3. **Срок проверки — 1997 г.**

Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 10558—72**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 12.1.005—88	2.1
ГОСТ 61—75	Приложение 2
ГОСТ 1770—74	4.3.1, 4.4.1, 4.9.1, 4.11.1, Приложение 2
ГОСТ 2226—88	5.1
ГОСТ 2991—85	5.5
ГОСТ 3118—77	4.4.1, Приложение 2
ГОСТ 3760—79	4.4.1, Приложение 2
ГОСТ 4204—77	4.9.1, 4.11.1
ГОСТ 4212—76	4.9.1, 4.10.1, Приложение 2
ГОСТ 4328—77	4.3.1, 4.9.1
ГОСТ 4517—87	4.4.1
ГОСТ 4525—77	4.4.1
ГОСТ 4919.1—77	4.3.1, Приложение 2
ГОСТ 5959—80	5.5
ГОСТ 6563—75	4.8.1а
ГОСТ 6691—77	4.9.1
ГОСТ 6709—72	4.3.1, 4.4.1, 4.9.1, 4.11.1, Приложение 2
ГОСТ 7298—79	Приложение 2

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 9147—80	4.8.1а
ГОСТ 9805—84	4.3.1
ГОСТ 10555—75	4.10.1
ГОСТ 14192—77	5.4
ГОСТ 14870—77	4.7.1, 4.7.2
ГОСТ 14871—76	4.4.2.1, 4.12.1
ГОСТ 14919—83	4.8.1а, 4.11.1, Приложение 2
ГОСТ 15846—79	5.3
ГОСТ 18995.4—73	4.6
ГОСТ 19433—88	5.4
ГОСТ 20490—75	4.11.1
ГОСТ 25336—82	4.3.1, 4.4.1, 4.7.1, 4.8.1а, 4.9.1, 4.11.1, 4.12.1, Приложение 2
ГОСТ 25794.1—83	4.3.1, Приложение 2
ГОСТ 25794.2—83	4.11.1
ГОСТ 26319—84	5.3
ГОСТ 26663—85	5.5
ГОСТ 27025—86	4.1а.2
ТУ 6—09—5171—84	Приложение 2
ТУ 6—09—5360—88	4.3.1

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 18.03.92 № 219

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июле 1985 г., сентябре 1989 г., марте 1992 г. (ИУС 11—85, 1—90, 6—92)

Редактор *А.В. Цыганкова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

И[illegible] 8.95. Сдано в набор 25.11.96. Подписано в печать 18.12.96.
[illegible] 1.-изд. л. 1,30. Тираж 190 экз. С/Д 1820. Зак. 146.

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.