ГОСТ 4478—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВАЯ 2-ВОДНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.587.11'583.2-41:006.354 Группа Л52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КИСЛОТА СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВАЯ 2-ВОДНАЯ

Технические условия

Reagents. Sulphosalicylic acid, 2-aqueous. Specifications

ГОСТ 4478—78

Взамен ГОСТ 4478—68

МКС 71.040.30
ОКП 26 3811 1260 00

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.01.78 № 238 дата введения установлена

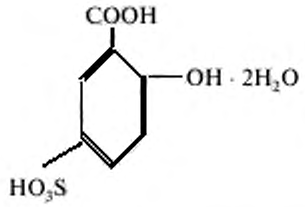
01.01.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт распространяется на реактив — 2-водную сульфосалициловую кислоту, которая представляет собой белый кристаллический порошок или бесцветные кристаллы без запаха; легко растворима в воде и в этиловом спирте, нерастворима в бензоле и хлороформе, светочувствительна.

Формулы: эмпирическая $C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$,

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 254,21.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 2-водная сульфосалициловая кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Издание (ноябрь 2003 г.) с Изменением № 1, утвержденным в январе 1983 г. (ИУС 5—83).

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 2003
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008
Переиздание (по состоянию на май 2008 г.)

1.2. По физико-химическим показателям 2-водная сульфосалициловая кислота должна соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3811 1262 09	Чистый (ч) ОКП 26 3811 1261 10
1. Массовая доля 2-водной сульфосалициловой кислоты ($C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$), %, не менее	99,0	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,010
3. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,01	0,02
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,5	1,0
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0005
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0010
8. Массовая доля салициловой кислоты, %, не более	0,02	0,20
9. Чувствительность к иону железа (0,005 мг Fe в 25 $см^3$ раствора) по оптической плотности, не менее	0,05	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Массовую долю тяжелых металлов по п. 7 таблицы определяют только по требованию потребителя.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 150 г.

3.2. Определение массовой доли 2-водной сульфосалициловой кислоты

3.2.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517—87.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,1 н. раствор.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6-09-5360—87, 1 %-ный спиртовой раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу, вместимостью 250 $см^3$, растворяют в 100 $см^3$ воды, прибавляют 0,1 $см^3$ раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски раствора, устойчивой в течение 30 с.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю 2-водной сульфосалициловой кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01271 \cdot 100}{m} - 2{,}646 \cdot X_1 ,$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,01271 — масса 2-водной сульфосалициловой кислоты, соответствующая 1 $см^3$ точно 0,1 н. раствора гидроокиси натрия, г;

m — масса навески препарата, г;

2,646 — коэффициент пересчета массы сульфат-иона на массу 2-водной сульфосалициловой кислоты;

X_1 — массовая доля сульфатов, определяемая по п. 3.5, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 %.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336—82, типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.

3.3.2. Проведение анализа

20 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 100 см³ горячей воды. Полученный раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2 мг.

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания проводят по СТ СЭВ 434—77.

При этом тигель с навеской 10 г, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, помещают на асбестовую сетку, осторожно нагревают до обугливания препарата, затем прокаливают в муфельной печи при температуре не выше 500 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 0,2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

5 см³ полученного раствора (соответствуют 0,01 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, объем раствора доводят водой до 25 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 40 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой, и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), прибавляют 10 см³ воды, нейтрализуют по лакмусовой бумаге раствором аммиака (около 7 см³), доводят объем раствора водой до 20 см³ и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,

для препарата чистый — 0,025 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом к остатку после прокаливания, полученному по п. 3.4, прибавляют 2 см³ раствора соляной кислоты и 1 см³ раствора азотной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха.

Остаток растворяют в 2 см³ раствора соляной кислоты, прибавляют 15 см³ воды, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, нейтрализуют раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге до pH 7, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см³ полученного раствора (соответствуют 5 г препарата) помещают в колбу вместимостью 100 см³ (с притертой или резиновой пробкой), прибавляют 5 см³ воды и далее определение проводят сероводородным методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг Pb,

для препарата чистый — 0,050 мг Pb,

1 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора уксуснокислого аммония и 10 см³ сероводородной воды.

3.9. Определение массовой доли салициловой кислоты

3.9.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6-09-5359—87, 10 %-ный раствор, подкисленный 0,2 см³ серной кислоты.

Кислота салициловая; раствор, содержащий 1 мг/см³, готовят следующим образом: 0,1 г салициловой кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 25 %-ный раствор.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015-88.

3.9.2. Проведение анализа

1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в делительную воронку вместимостью 50 см³, растворяют в 10 см³ воды, прибавляют 0,2 см³ раствора соляной кислоты и встряхивают с 10 см³ хлороформа в течение 3 мин.

После отстаивания хлороформенный слой переносят во вторую делительную воронку и дважды промывают водой, используя для каждой промывки 3 см³ воды. Хлороформенный раствор фильтруют через небольшой смоченный хлороформом фильтр, на который помещают 0,5 г безводного сернокислого натрия, в сухую фарфоровую чашку вместимостью 25 см³ и выпаривают досуха на водяной бане при 60 °С.

Остаток растворяют в теплой воде (25—30 °С), переносят количественно в мерный цилиндр вместимостью 100 см³ (с притертой пробкой), объем раствора доводят водой до 50 см³, прибавляют 0,5 см³ раствора железоаммонийных квасцов и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 7—10 мин фиолетовая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего салициловой кислоты в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,2 мг,

для препарата чистый — 2 мг

и 0,5 см³ раствора железоаммонийных квасцов.

3.10. Определение чувствительности к иону железа

3.10.1. Реактивы, растворы и приборы

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10 %-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Раствор, содержащий Fe; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см³ Fe.

Спектрофотометр, обеспечивающий измерение при 430 нм.

3.10.2. Проведение анализа

2,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

В четыре мерные колбы вместимостью 25 см³ каждая помещают раствор, содержащий 0,000; 0,005; 0,010 и 0,015 мг Fe, прибавляют по 15 см³ воды, перемешивают, прибавляют по 1 см³ раствора препарата, снова перемешивают, прибавляют по 5 см³ раствора аммиака, доводят объемы растворов водой до метки и снова перемешивают.

Измеряют оптические плотности растворов, содержащих железо, по отношению к раствору, не содержащему железо, на спектрофотометре при длине волны 430 нм, в кюветах или цилиндрах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание железа в миллиграммах, а на оси ординат — значения оптических плотностей.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если оптическая плотность раствора, содержащего 0,005 мг Fe в 25 см³, будет не менее 0,05, а график будет иметь вид прямой линии.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 2т—1, 2т—2, 2т—4.

Группа фасовки III, IV, V.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — шесть месяцев со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 2-водная сульфосалициловая кислота может вызывать воспалительные заболевания кожи, а также органов дыхания и слизистых оболочек.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (противопылевые респираторы, резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Редактор *Р.Г Говердовская*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 25.06.2008. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93 .
Уч.-изд.л. 0,60. Тираж 59 экз. Зак. 837.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
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