

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

НАТРИЙ САЛИЦИЛОВОКИСЛЫЙ

ГОСТ 17628—72

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским институтом химических реактивов и особо чистых химических веществ (ИРЕА)

Зам. директора по научной работе **Ластовский Р. П.**
Руководители темы: **Брудзь В. Г., Ротенберг И. Л.**
Исполнители: **Смородинская В. Н., Богомолова Е. А., Раковская В. А.**

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член коллегии **Зимин В. М.**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Отделом химии и нефтепродуктов Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР

Начальник отдела **Пенязь И. В.**
Ст. инженер **Иванова Г. К.**

Научным отделом стандартизации продукции химической и нефтеперерабатывающей промышленности Всесоюзного научно-исследовательского института стандартизации (ВНИИС)

Зав. отделом **Медведева Т. В.**
Ст. научный сотрудник **Максимова З. А.**

УТВЕРЖДЕН Государственным комитетом стандартов Совета Министров СССР 14 марта 1972 г. (протокол № 27)

Зам. председателя отраслевой научно-технической комиссии член Комитета **Коваленко Ф. Ф.**
Члены комиссии: **Белова Е. М., Гаркаленко К. И., Грейниман С. Б., Пенязь И. В.**

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 18 апреля 1972 г. № 767

УДК 547.587.11'133-41(083.74) Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы
НАТРИЙ САЛИЦИЛОВОКИСЛЫЙ
Reagents.
Sodium salicylate

ГОСТ 17628—72

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 18/IV 1972 г. № 767 срок введения установлен

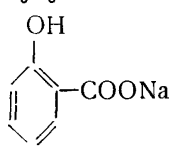
с 1/VII 1973 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на салициловокислый натрий, представляющий собой белый кристаллический порошок неприятного сладковатого вкуса, без запаха. Растворим в воде, спирте, глицерине.

Формулы: эмпирическая $C_7H_5O_3Na$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1969 г.)—160,11.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. По химическим показателям салициловокислый натрий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименования показателей	Нормы	
	Чистый для анализа (ч. д. а.)	Чистый (ч.)
1. Содержание салициловокислого натрия ($C_7H_5O_3Na$), %, не менее	99,5	99,5
2. Содержание нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,01
3. Содержание сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,005
4. Содержание хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,005
5. Содержание аммонийных солей (NH_4), %, не более	0,03	Не нормируется
6. Содержание железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0005
7. Содержание тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	0,002
8. Содержание кислоты ($C_7H_6O_3$), %, не более	0,1	0,2
9. Испытание на отсутствие щелочи	Должен выдерживать испытание по п. 3.9.	

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Приемку производят по ГОСТ 3885—66.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—66. Общая масса средней отобранной пробы должна быть не менее 150 г.

3.2. Определение содержания салициловокислого натрия

3.2.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—69;

кислота уксусная по ГОСТ 61—69, х. ч. ледяная; кислота должна быть предварительно проверена на соответствие содержания основного вещества норме 99,8±0,3%;

кристаллический фиолетовый (индикатор), 0,5%-ный раствор в уксусной кислоте, или

метиловый фиолетовый (индикатор), 0,2%-ный раствор в уксусной кислоте;

метиловый оранжевый (индикатор) по ГОСТ 10816—64, 0,1%-ный раствор;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 0,5 н раствор;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63, х. ч., прокаленный на песчаной бане до постоянной массы при 270—300°С в платиновом тигле с крышкой, или

калий фталевокислый кислый по ГОСТ 5858—68;

кислота хлорная 30—70%-ный растворы, 0,1 н раствор в уксусной кислоте. Готовят следующим образом: предварительно опре-

деляют содержание основного вещества в исходной хлорной 30%-ной или 70%-ной кислоте (A).

Для этого 5 г 30%-ного раствора или 2 г 70%-ного раствора хлорной кислоты титруют раствором едкого натра в присутствии раствора метилового оранжевого; плотность определяют ареометром с точностью до 0,001 г/см³;

Количество раствора хлорной кислоты ($Б$) в миллилитрах, необходимое для приготовления одного литра 0,1 н уксуснокислого раствора хлорной кислоты, вычисляют по формуле

$$Б = \frac{10{,}047 \cdot 100}{A \cdot \varrho},$$

где A — содержание хлорной кислоты в применяемом растворе хлорной кислоты, %;

ϱ — плотность применяемого раствора хлорной кислоты, г/см³;

10,047 — 0,1 грамм-эквивалента хлорной кислоты.

Так как применяемый раствор хлорной кислоты содержит воду и при введении его в ледяную уксусную кислоту попадает некоторое количество воды, мешающее в дальнейшем титрованию, введенную воду необходимо связать уксусным ангидридом.

Количество уксусного ангидрида (B) в миллилитрах, необходимое для связывания воды, вычисляют по формуле

$$B = \frac{(100 - A) \cdot Б \cdot \varrho \cdot 102{,}09}{100 \cdot 18 \cdot \varrho_1},$$

где $(100-A)$ — содержание воды в применяемом растворе хлорной кислоты, %;

$Б$ — объем раствора исходной хлорной кислоты, взятый для приготовления титрованного раствора, мл;

ϱ — плотность применяемого раствора хлорной кислоты, г/см³;

ϱ_1 — плотность уксусного ангидрида, г/см³;

102,09 — молекулярная масса уксусного ангидрида;

18 — молекулярная масса воды.

Для приготовления уксуснокислого раствора хлорной кислоты рассчитанное количество ее медленно при перемешивании вливают в ледяную уксусную кислоту, прибавляют B миллилитров уксусного ангидрида, перемешивают, доводят объем раствора уксусной кислотой до 1 л и снова перемешивают.

По истечении суток определяют коэффициент поправки уксуснокислого раствора хлорной кислоты следующим образом: около 0,1 г углекислого натрия или 0,4 г кислого фталевокислого калия растворяют в 25 мл уксусной кислоты, добавляют одну каплю раствора кристаллического фиолетового или метилового фиолетового и титруют уксуснокислым раствором хлорной кислоты до перехода окраски раствора в зеленую (концом титрования считают переход от сине-зеленой окраски к чисто-зеленой).

Коэффициент поправки (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{G}{Э \cdot V},$$

где G — навеска углекислого натрия или кислого фталевокислого калия, г;

$Э$ — количество углекислого натрия (0,0053) или кислого фталевокислого калия (0,02042), соответствующее 1 мл точно 0,1 н уксуснокислого раствора хлорной кислоты, г;

V — объем уксуснокислого раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование, мл.

Если титр раствора хлорной кислоты устанавливают и применяют при разных температурах, то вводят температурную поправку. Для этого объем, израсходованный на титрование, в миллилитрах умножают на $1 - (\Delta t \cdot 0{,}001)$ — если титрование проводят при более высокой температуре и на $1 + (\Delta t \cdot 0{,}001)$ — если титрование проводят при более низкой температуре, чем та, при которой устанавливают коэффициент поправки раствора; Δt — разность температур в градусах Цельсия.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,4 г препарата взвешивают с точностью до 0,0002 г, помещают в сухую коническую колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 50 мл уксусной кислоты, прибавляют 2 капли раствора кристаллического фиолетового или метилового фиолетового и титруют раствором хлорной кислоты до перехода окраски раствора в чисто-зеленую.

3.2.3. *Обработка результатов*

Содержание салициловокислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01601 \cdot 100}{G},$$

где V — объем точно 0,1 н уксуснокислого раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование, мл;

G — навеска препарата, г;

0,01601 — количество салициловокислого натрия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н раствора хлорной кислоты, г.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,3 абс. %.

3.3. Определение содержания нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Применяемые растворы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 9775—69.

3.3.2. *Проведение анализа*

20 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 250 мл и растворяют в 100 мл воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 1 ч. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с точностью до 0,0002 г. Остаток на фильтре промывают 100 мл 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 содержания сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671—63 визуально-нефелометрическим или фотонефелометрическим методом.

При этом около 2 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл, растворяют в 43 мл воды, прибавляют 7 мл раствора соляной кислоты, перемешивают и фильтруют через беззольный фильтр, промытый горячей водой, отбрасывая первые порции фильтрата.

25 мл фильтрата (соответствуют 1 г препарата) переносят в стакан для нефелометрирования и прибавляют 3 мл раствора крахмала и 3 мл раствора хлористого бария, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 30 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции эталонного раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг SO_4;

для препарата чистый — 0,05 мг SO_4,

1 мл раствора соляной кислоты, 3 мл раствора крахмала и 3 мл раствора хлористого бария.

3.5. Определение содержания хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671—63 визуально-нефелометрическим или фотонефелометрическим методом.

При этом 1 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл, растворяют в 74 мл воды, прибавляют 6 мл 25%-ного раствора азотной кислоты, перемешивают и фильтруют через беззольный фильтр, промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты, в коническую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

40 мл фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата) переносят в коническую колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 1 мл раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 20 мин на темном фоне опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции эталонного раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Cl;

для препарата чистый — 0,025 мг Cl,

2 мл 25%-ного раствора азотной кислоты и 1 мл раствора азотнокислого серебра.

3.6. Определение содержания аммонийных солей

3.6.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 20%-ный раствор, не содержащий NH_4; готовят по ГОСТ 4517—65;

раствор, содержащий NH_4; готовят по ГОСТ 4212—62;

реактив Несслера; готовят по ГОСТ 4517—65.

3.6.2. *Проведение анализа*

1 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в небольшом количестве воды (50 мл), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 мл полученного раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают в цилиндр (с притертой пробкой) вместимостью 100 мл, прибавляют 2 мл раствора гидрата окиси натрия, доводят объем раствора водой до 50 мл, прибавляют 2 мл реактива Несслера, закрывают цилиндр пробкой и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме для препарата чистый для анализа — 0,03 NH_4, 2 мл раствора гидрата окиси натрия, 2 мл реактива Несслера.

3.7. Определение содержания железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—63 сульфосалициловым методом.

При этом 2 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл, растворяют в 35 мл воды, прибавляют 5 мл раствора соляной кислоты, перемешивают и сразу же фильтруют через беззольный фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата.

20 мл фильтрата (соответствуют 1 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл), прибавляют 2 мл раствора сульфосалициловой кислоты и перемешивают. Затем прибавляют 5 мл раствора аммиака, доводят объем раствора водой до метки, снова перемешивают и через 10 мин фотометрируют.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг;

для препарата чистый — 0,005 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

3.8. Определение содержания тяжелых металлов

3.8.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

кислота уксусная по ГОСТ 61—69, х. ч. ледяная;

раствор, содержащий Pb; готовят по ГОСТ 4212—62;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

вода сероводородная; готовят по ГОСТ 4517—65, свежеприготовленная.

3.8.2. *Проведение анализа*

2 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл, растворяют в 57 мл воды, прибавляют 3 мл уксусной кислоты, перемешивают до выпадания осадка и фильтруют через беззольный фильтр в коническую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

30 мл фильтрата (соответствуют 1 г препарата) помещают в коническую колбу для колориметрирования вместимостью 50 мл, прибавляют 10 мл сероводородной воды и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Pb;

для препарата чистый — 0,02 мг Pb,

1 мл уксусной кислоты и 10 мл сероводородной воды.

3.9. Определение содержания кислоты ($C_7H_6O_3$) и испытание на отсутствие щелочи

3.9.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517—65;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 0,01 н раствор;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор;

спирт этиловый гидролизный ректификованный, высшей очистки.

3.9.2. *Проведение анализа*

2 г препарата взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 50 мл воды, прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина. Раствор при этом должен оставаться бесцветным.

Раствор титруют из микробюретки раствором едкого натра до появления розовой окраски.

3.9.3. *Обработка результатов*

Содержание кислоты в пересчете на салициловую кислоту ($C_7H_6O_3$) (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0{,}001381 \cdot 100}{G},$$

где V_1 — объем точно 0,01 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;

G — навеска препарата, г;

0,001381 — количество салициловой кислоты, соответствующее 1 мл точно 0,01 н раствора едкого натра, г.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,02 абс. %.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—66.

Вид упаковки: Б-5п.

Группа фасовки: III, IV, V.

4.2. На этикетке должен быть указан гарантийный срок хранения.

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

4.4. Препарат хранят в закрытой таре в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Салициловокислый натрий должен быть принят техническим контролем предприятия-изготовителя. Изготовитель должен гарантировать соответствие всего поставляемого продукта требованиям настоящего стандарта, при соблюдении потребителем условий хранения, установленных настоящим стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.

Редактор *А. С. Пшеничная*

Сдано в набор 3/V 1972 г. Подп. в печ. 23/V 1972 г. 0,5 п. л. Тир. 12000

Издательство стандартов Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак 368

gost.e-ecolog.ru