ГОСТ 5821—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА СУЛЬФАНИЛОВАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 6—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.551.521.12-41:006.354 Группа Л52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КИСЛОТА СУЛЬФАНИЛОВАЯ

Технические условия

Reagents. Sulphanilic acid. Specifications

ГОСТ 5821—78

Взамен ГОСТ 5821—69

МКС 71.040.30

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 03.02.78 № 363 дата введения установлена

01.01.79

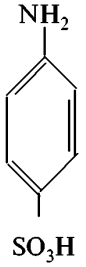
Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт распространяется на реактив — сульфаниловую кислоту, который представляет собой белые кристаллы; трудно растворим в холодной воде, почти нерастворим в спирте, эфире и бензоле, легче растворим в горячей воде, растворах едких и углекислых щелочей и хорошо растворим в аммиаке; светочувствителен.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества.

Формулы: эмпирическая $C_6H_7NO_3S$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 173,19.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям сульфаниловая кислота должна соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Декабрь 2003 г.

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.)	Чистый (ч.)
1. Массовая доля сульфаниловой кислоты ($C_6H_7NO_3S$), %, не менее	99,8	99,5
2. Массовая доля веществ, нерастворимых в 5%-ном растворе углекислого натрия, %, не более	0,01	0,04
3. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,01	0,03
4. Массовая доля нитритов (NO_2), %, не более	0,00002	0,00004
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,010
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 100 г.

3.2. Определение массовой доли сульфаниловой 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), 1%-ный спиртовой раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,35 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 150 $см^3$, растворяют в 75 $см^3$ горячей воды, охлаждают, прибавляют 0,2 $см^3$ раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

3.2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01732 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески, г;

0,01732 — масса сульфаниловой кислоты, соответствующая 1 $см^3$ точно 0,1 н. раствора гидроокиси натрия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

3.3. Определение массовой доли веществ, нерастворимых в 5%-ном растворе углекислого натрия

3.3.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, 5%-ный раствор, профильтрованный через беззольный фильтр.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336—82 типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

3.3.2. Проведение анализа

10 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 200 $см^3$, растворяют в 100 $см^3$ раствора углекислого натрия и оставляют в покое на 1 ч. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают 100 $см^3$ 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 — 4 мг.

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов

10 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в платиновый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г, и осторожно нагревают на песчаной бане до обугливания препарата. Затем тигель охлаждают, к остатку прибавляют 1 $см^3$ серной кислоты (ГОСТ 4204—77), снова нагревают на песчаной бане до прекращения выделения паров серной кислоты и прокаливают в муфельной печи при 700—800 °С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 3 мг.

3.5. Определение массовой доли нитритов

Определение проводят по ГОСТ 10671.3—74. При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 40 $см^3$ воды, нагретой до 70 °С, и перемешивают до полного растворения препарата. Раствор помещают в цилиндр (с притертой пробкой) и далее определение проводят визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,0002 мг NO_2,

для препарата чистый — 0,0004 мг NO_2,

и 1 $см^3$ реактива Грисса.

3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 10 $см^3$ фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата), полученного по п. 3.7, помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 $см^3$, прибавляют 15 $см^3$ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

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

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг,

для препарата чистый — 0,050 мг.

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

3.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$ (с меткой на 100 $см^3$) и растворяют в 100 $см^3$ воды при кипении.

Раствор охлаждают водой до 15 °С, а затем ледяной водой в течение 1 ч, изредка перемешивая.

Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через беззольный фильтр, тщательно промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра), отбросив первую порцию фильтрата.

20 $см^3$ фильтрата (соответствуют 1 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 20 $см^3$ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом.

Фильтрат сохраняют для определения сульфатов по п. 3.6.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

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

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: Бо-1, Бо-3п, Бо-5п.

Группа фасовки: III, IV, V.

4.2. Препарат транспортируют 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 сульфаниловой кислоты требованиям настоящего стандарта, при соблюдении условий хранения и транспортирования, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления. По истечении указанного срока препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Сульфаниловая кислота может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожи.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать меры 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 *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 13.01.2004. Подписано в печать 30.01.2004. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,45. Тираж 83 экз. С 682. Зак. 143.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru