ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА ВИННАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5817—77

Издание официальное

БЗ 5—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.476.3--41:006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КИСЛОТА ВИННАЯ

Технические условия

Reagents.
Tartaric acid. Specifications

ГОСТ 5817—77*

Взамен ГОСТ 5817—69

ОКП 26 3451 0050 05

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 8 декабря 1977 г. № 2830 дата введения установлена

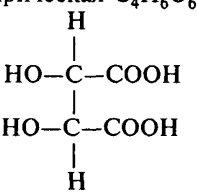
01.01.79

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 14.10.92 № 1369

Настоящий стандарт распространяется на винную кислоту, которая представляет собой порошок белого цвета или прозрачные бесцветные кристаллы, растворимые в воде.

Формулы: эмпирическая $C_4H_6O_6$

структурная



Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 150,09.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (март 1997 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1992 г. (ИУС 1—93)*

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1997

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

Допускается изготовление винной кислоты по ИСО 6353-3—87 (Р 93) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353-1—82 (приложение 2)

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1 1 Винная кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке

1 2 По физико-химическим показателям винная кислота должна соответствовать нормам, указанным в таблице

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч д а) ОКП 26 3451 0052 03	Чистый (ч) ОКП 26 3451 0051 04
1 Массовая доля винной кислоты ($C_4H_6O_6$), %, не менее	99,9	99,5
2 Массовая доля не растворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,010
3 Массовая доля остатка после прокаливания (в виде сульфатов), %, не более	0,01	0,03
4 Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,010
5 Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005	0,0020
6 Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,0020
7 Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0003	0,0010
8 Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,001	0,002
9 Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00002	Не нормируется
10 Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0010

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛЭ-200г или ВЛКТ-500г-М.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 300 г.

3.2. Определение массовой доли винной кислоты

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

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

Колба Кн-2—150—24 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка вместимостью 1 $см^3$.

Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517—87.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/$дм^3$; готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 1,0000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 $см^3$ воды, прибавляют 2 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски.

3.2.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{V \cdot 0{,}03752 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески препарата, г;

0,03752 — масса винной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,5 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,5 % при доверительной вероятности P = 0,95.

3.2.1—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

Стакан Н-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—250—2 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 250 см^3 воды, стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см^3 горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 100—105 °С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,

для препарата чистый — 5,0 мг.

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

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания (в виде сульфатов)

Определение проводят по ГОСТ 27184—86 из навески 10,00 г.

Остаток после прокаливания сохраняют для определения массовой доли кальция по п. 3.9.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 1,00 г препарата помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563—75), прибавляют 1 $см^3$ раствора углекислого натрия с массовой долей 1 % (ГОСТ 83—79), выпаривают на водяной бане досуха и осторожно нагревают на электрической плитке до обугливания препарата. Остаток прокаливают в муфельной печи при 400—500 °С; при неполном сгорании остатка его смачивают водой, выпаривают раствор на водяной бане досуха и снова прокаливают до получения остатка белого цвета.

Остаток растворяют в 15 $см^3$ воды при нагревании на электрической бане и переносят раствор в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$. Если раствор мутный, его фильтруют через тщательно промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента», прибавляют 0,25 $см^3$ раствора пероксида водорода с массовой долей 3 %, х. ч. (ГОСТ 10929—76) и кипятят на электрической плитке 2—3 мин.

Раствор охлаждают и доводят объем водой до 25 $см^3$. 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 — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

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

3.6. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 3,00 г препарата помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563—75), смешивают с 0,5 г азотнокислого магния (ГОСТ 11088—75) и нагревают сначала на песчаной бане, а затем прокаливают в муфельной печи при 400—500 °С до полного сгорания угля.

При неполном сгорании остатка его смачивают водой, выпаривают на водяной бане и снова прокаливают до получения остатка белого цвета. К остатку прибавляют 2 $см^3$ раствора азотной кислоты и выпаривают на водяной бане почти досуха.

Остаток растворяют в 15 см^3 воды при нагревании на водяной бане, охлаждают и если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента». Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Далее определение проводят по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса. Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса фосфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг,

для препарата чистый — 0,060 мг.

3.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с метками на 50 или 40 см^3) и растворяют в 35 см^3 воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом. Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,

для препарата чистый — 0,040 мг.

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

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в 20 см^3 воды и далее определение проводят фотометрически роданидным методом с предварительным окислением железа надсернокислым аммонием.

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

для препарата чистый для анализа — 0,003 мг,

для препарата чистый — 0,010 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят фотометрически.

3.3.1—3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.9. Определение массовой доли кальция

3.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—50—18 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки вместимостью 1, 2 и 5 $см^3$.

Пробирка диаметром 15 мм по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—25—2 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Мурексид (аммонийная соль пурпуровой кислоты), раствор с массовой долей 0,05 %, годен к применению в течение двух суток.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$; готовят по ГОСТ 25794.1—83 без определения коэффициента поправки.

Раствор, содержащий Са; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/$см^3$ Са.

3.9.2. *Проведение анализа*

Остаток после прокаливания, полученный по п. 3.4 (соответствует 10 г препарата), обрабатывают 5 $см^3$ раствора соляной кислоты, смывая стенки чашки, накрывают чашку часовым стеклом и нагревают на водяной бане в течение 30 мин. После растворения остатка стекло снимают с чашки, обмывают его водой и выпаривают раствор на водяной бане досуха.

Сухой остаток растворяют в 10 $см^3$ воды и 0,2 $см^3$ раствора соляной кислоты при нагревании на водяной бане. Раствор переносят в коническую колбу с меткой на 25 $см^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают. 2,5 $см^3$ полученного раствора (соответствует 1 г препарата) помещают в пробирку, прибавляют при перемешивании 5,5 $см^3$ воды, 1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и 1 $см^3$ раствора мурексида.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если розовато-фиолетовая окраска анализируемого раствора через 1—2 мин по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Са,

для препарата чистый — 0,02 мг Са,

1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и 1 $см^3$ раствора мурексида.

Окраска раствора устойчива в течение 10 мин.

3.10. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 1,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют в 30 $см^3$ воды. Далее определение проводят методом с применением бромно-ртутной бумаги в сернокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумаги от раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме 0,0002 мг мышьяка и те же количества реактивов.

3.11. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 30 $см^3$ воды. Далее определение проводят сероводородным методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, 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

и те же количества реактивов.

~~3~~.9.1—3.11. **(Измененная реакция, Изм. № 1).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 6—1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие винной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

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

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Винная кислота действует раздражающе на слизистые оболочки и кожные покровы. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены.

6.2. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией; анализ препарата в лабораториях необходимо проводить в вытяжном шкафу.

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

6.3. На рабочем месте необходимо иметь средства пожаротушения: огнетушитель марки СУ, асбестовое полотно, песок.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353-3—87
«Реактивы для химического анализа.
Часть 3. Вторая серия»

Р.93.(+) — ВИННАЯ КИСЛОТА
$HOOC(CHOH)_2COOH$
Относительная молекулярная масса — 150,09
Р.93.1. Техническое описание
Массовая доля винной кислоты
$HOOC(CHOH)_2COOH$, %, не менее 99,5
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более..... 0,0005
Массовая доля кальция (Ca), %, не более..... 0,002
Массовая доля меди (Cu), %, не более 0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более 0,0005
Массовая доля свинца (Pb), %, не более..... 0,0005
Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более 0,01

Р.93.2. Приготовление испытуемого раствора

Растворяют 20 г препарата в воде и разбавляют до 200 $см^3$ (раствор должен быть бесцветным и прозрачным).

Р.93.3. Проведение анализа

Р.93.3.1. *Определение массовой доли винной кислоты*

3 г препарата взвешивают с точностью до 0,0001 г, растворяют в 50 $см^3$ воды и титруют раствором гидроокиси натрия c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ с использованием раствора фенолфталеина (0,2 $см^3$).

1,00 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, c (NaOH) = 1,000 моль/$дм^3$ соответствует 0,75045 г $C_4H_6O_6$.

Р.93.3.2. *Определение массовой доли хлоридов*

Берут 20 $см^3$ испытуемого раствора (Р.93.2), подкисляют 1 $см^3$ азотной кислоты и проводят анализ по ОМ 2*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 $см^3$ хлоридного раствора сравнения II (1 $см^3$ = 0,0005 % Cl). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом:

1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

---

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82

Р.93.3.3. *Определение массовой доли кальция, меди и свинца*

Анализ проводят атомно-абсорбционным методом по ОМ 29* при следующих условиях

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ca	4	Воздух-ацетилен	422,7
Cu	5		324,7
Pb	5		217,0 или 283,3

Р.93.3.4. *Определение массовой доли железа*

Растворяют 0,05 г пероксодисульфата калия в смеси 20 $см^3$ испытуемого раствора (Р.93.2), 30 $см^3$ воды и 5 $см^3$ соляной кислоты и добавляют 2 $см^3$ раствора тиоцианата аммония с массовой долей 5 %.

Через 1 мин красная окраска не должна быть более интенсивной, чем окраска приготовленного таким же образом контрольного раствора с использованием 1 $см^3$ железосодержащего раствора сравнения II (1 $см^3$ = =0,0005 % Fe). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 8,63 г $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ растворяют в 10 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$.

Р.93.3.5. *Определение остатка после прокаливания в виде сульфатов*

Анализ проводят по ОМ 16* из навески 10 г.

Масса остатка после прокаливания не должна превышать 1 мг.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353-1—82
«Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Подкисляют указанный объем раствора 1 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и прибавляют 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра с массовой долей около 1,7 %. Через 2 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82.

5.29. Атомно-абсорбционная спектрометрия ААС (ОМ 29)

5.29.1. *Общие указания*

Испытуемый образец или его раствор всасывают в высокотемпературное пламя, создаваемое подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение, обеспечивающее испарение испытуемого образца и диссоциацию его молекул на атомы. Может быть использован прибор с беспламенным нагревом. Источник, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активизируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии возбуждения атомов испытуемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорционально их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

5.29.2. *Методика*

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с испытуемым образцом и с прибором, и множественность влияющих факторов не позволяют дать подробных инструкций.

Выбор методики определяется требуемой степенью точности. Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников нагрева. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение обычно проводят, используя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленных азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется использовать метод добавок. Этот метод состоит в том, что определение осуществляется для серии (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) аликвот испытуемого раствора, к которым добавлены известные количества определяемого элемента.

Длины волн, соответствующие резонансным линиям, и другая специальная информация приводятся в описаниях, относящихся к определяемому конкретному реактиву.

5.16. Определение остатка после прокаливания (ОМ 16)

Помещают указанную навеску в подходящий тигель или посуду, предварительно нагретую в печи, отрегулированной на температуру (650 ± 50) °С, в течение 15 мин, охлажденную и взвешенную с точностью до 0,1 мг. Нагревают, медленно поднимая температуру до тех пор, пока навеска не улетучится полностью или не обуглится, избегая возгорания органических продуктов. Охлаждают, прибавляют 0,25 $см^3$ раствора серной кислоты к остатку и продолжают слабое нагревание до полного исчезновения паров серной кислоты. Затем нагревают посуду и остаток в печи, отрегулированной на температуру (650 ± 50) °С, в течение 15 мин (если не оговорено иначе), охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Примечание. Может оказаться более удобным испарять и обугливать большие навески несколькими последовательными порциями.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 09.06.97. Подписано в печать 11.07.97.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 189 экз. С685. Зак. 495.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru