МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА СЕРНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.226—325—41 : 006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КИСЛОТА СЕРНАЯ

Технические условия

ГОСТ 4204—77

Reagents. Sulphuric acid. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 1212 0021 05

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт распространяется на реактив — серную кислоту, которая представляет собой бесцветную, прозрачную, маслянистую жидкость, без запаха, без осадка смешивается с водой (при сильном разогревании) и со спиртом.

Формула H_2SO_4.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 98,08.

Плотность около 1,83 г/см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям серная кислота должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х. ч.) ОКП 26 1212 0023 02	чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 1212 0022 03	чистый (ч.) ОКП 26 1212 0021 04
1. Внешний вид	Анализ проводят по п. 3.2		
2. Массовая доля серной кислоты (H_2SO_4), %, не менее	93,6—95,6	93,6—95,6	93,6—95,6
3. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,0006 (0,001)	0,001 (0,002)	0,005
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,00002	0,00005	0,00010
5. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,00002 (0,00005)	0,00005	0,00050
6. Массовая доля аммонийных солей (NH_4), %, не более	0,0001	0,0002	0,0005
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0001	0,0002	0,0005
8. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,00002 (0,00005)	0,00005 (0,00010)	0,00030
9. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,000001	0,000003	0,000010
10. Массовая доля селена (Se), %, не более	0,0001	0,0001	0,0005
11. Массовая доля веществ, восстанавливающих $KMnO_4$, % (в пересчете на SO_2), не более	0,0002 (0,0003)	0,0003 (0,0004)	0,0004

Примечание. Серную кислоту с нормами, указанными в скобках, допускается выпускать до 01.01.95.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1977
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2006
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

1.3. Серная кислота квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа», предназначаемая для анализа этилового спирта, должна выдерживать пробу Савалля по п. 3.13.

1.4. Допускается серная кислота в других концентрациях при условии соответствия остальным требованиям настоящего стандарта.

1.5. Допускается изготовителю периодически определять (1 раз в месяц) массовую долю хлоридов, нитратов, тяжелых металлов, мышьяка и селена в серной кислоте, изготовляемой из природной и газовой серы (по ГОСТ 127.1 — 127.5).

1.4, 1.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Пробы из крупногабаритной тары (цистерны, контейнеры), используемой по согласованию изготовителя с потребителем, отбирают пробоотборником, изготовленным из фторопласта.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Общая масса средней пробы должна быть не менее 1,5 кг (800 $см^3$).

Объемную долю серной кислоты, необходимую для анализа, отбирают безопасной пипеткой или мерным цилиндром с погрешностью не более 1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Определение внешнего вида

Определение проводят по ГОСТ 14871 и ГОСТ 27025.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если анализируемый препарат, наблюдаемый на фоне молочного стекла в проходящем свете, не будет отличаться от дистиллированной воды.

3.3. Определение массовой доли серной кислоты

3.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

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

Колба Кн-2—500—40 ТХС или Кн-1—500—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3) — 250 по ГОСТ 1770.

Метиловый красный (индикатор) по ТУ 6—09—5169, раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ (1 н); готовят по ГОСТ 25794.1.

Смешанный индикатор, метилового красного и метиленового голубого; готовят по ГОСТ 4919.1.

3.3.2. *Проведение анализа*

Около 1,0000 г препарата взвешивают в запаянной ампуле (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), затем ампулу помещают в колбу, содержащую 200 $см^3$ воды. Ампулу разбивают стеклянной палочкой с плоским концом и содержимое колбы перемешивают. К раствору прибавляют 5 капель смешанного индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия до зеленого окрашивания.

3.3.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{V \cdot 0{,}04904 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaON) = 1 моль/дм^3 (1 н), израсходованный на титрование анализируемого препарата, см^3;

0,04904 — масса серной кислоты, соответствующая 1,00 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н), г;

m — масса навески анализируемого препарата, г.

Допускается проводить определение массовой доли серной кислоты в присутствии индикатора метилового оранжевого или метилового красного.

Навеску анализируемой кислоты допускается взвешивать с помощью пипетки Лунге (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

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 ± 0,4 при доверительной вероятности P = 0,95.

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания

Определение проводят по ГОСТ 27184. При этом 100 г (55 см^3) препарата помещают в кварцевую или платиновую чашку вместимостью 200 см^3, предварительно прокаленную до постоянной массы и взвешенную с точностью до четвертого знака, и выпаривают досуха в вытяжном шкафу на песчаной бане или на электроплитке (мощностью 1000—1200 Вт). Чашку с сухим остатком прокаливают в муфельной печи при 600—800 °С до постоянной массы.

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

для препарата «химически чистый» — 0,6 мг (1,0* мг);

для препарата «чистый для анализа» — 1,0 мг (2,0* мг);

для препарата «чистый» — 5 мг.

При разногласиях в оценке качества анализируемой кислоты с массовой долей остатка после прокаливания не более 0,001 % массу навески следует увеличить до 200 г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %. Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 50 % для препарата квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа» и ± 25 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности P = 0,95.

3.1—3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.5 Определение массовой доли хлоридов

3.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 5 (10, 25) см^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор с массовой долей 25 %.

Раствор, содержащий Cl, массовой концентрации Cl 1 мг/см^3, готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением водой готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см^3 Cl.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1,7 %.

3.5.2. *Проведение анализа*

25 г (около 13,75 см^3) для препарата квалификации «химически чистый» и 20 г (около 11 см^3) для препарата «чистый для анализа» и «чистый» помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 (с меткой на 100 см^3), содержащую 50 см^3 воды, раствор охлаждают, погружая колбу в холодную воду со льдом, затем прибавляют 4 см^3 азотной кислоты, 2 см^3 раствора азотнокислого серебра, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

---

* Значение, указанное в скобках, установлено для нормы, действующей до 01.01.90.

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

для препарата «химически чистый» — 0,005 мг Cl,

для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг Cl,

для препарата «чистый» — 0,020 мг Cl,

4 $см^3$ азотной кислоты и 2 $см^3$ раствора азотнокислого серебра.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов в препарате квалификации «химически чистый» определение проводят фотометрически по п. 3.5.3.

3.5.1, 3.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5.3. *Фотометрический метод определения массовой доли хлоридов (по норме 0,00002 %)*

3.5.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-1—500—29/32 по ГОСТ 25336.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 2 и 5 (10) $см^3$.

Воронка ВД-1—250 ХС; ВД-3—1000 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—100 (250) по ГОСТ 1770.

Секундомер.

Спектрофотометр типа СФ-16.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Ультра-термостат типа U-120 или другого типа, позволяющий проводить термостатирование при температуре (20 ± 1) °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Дитизон по ТУ 6—09—07—1684, ч. д. а.

Раствор I концентрации c ($C_6H_5NHNHCSN = NC_6H_5$) = $1 \cdot 10^{-3}$ моль/$дм^3$ в хлороформе, готовят следующим образом: 0,0256 г дитизона помещают в сухую мерную колбу, прибавляют 80 $см^3$ хлороформа, перемешивают до растворения дитизона, доводят объем раствора хлороформом до метки и перемешивают;

раствор II концентрации c ($C_6H_5NHNHCSN = NC_6H_5$) = $5 \cdot 10^{-5}$ моль/$дм^3$ в четыреххлористом углероде, готовят следующим образом: 5 $см^3$ раствора I помещают в сухую мерную колбу, прибавляют очищенный четыреххлористый углерод до метки и перемешивают; раствор применяют свежеприготовленным; растворы дитизона хранят в сосудах из темного стекла или в сосудах из бесцветного стекла, покрытых черным лаком.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч. д. а, раствор с массовой долей 2,5 %.

Хлороформ по ТУ 6—09—4263 для хроматографии или по ТУ 6—09—06—800, х. ч. для спектроскопии.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20298, х. ч., очищенный следующим образом: к 500 $см^3$ четыреххлористого углерода, помещенного в делительную воронку (ВД-3—1000), прибавляют 200 $см^3$ раствора тиосульфата натрия и встряхивают 5 мин; после расслоения водную фазу отбрасывают, а четыреххлористый углерод 3—4 раза промывают водой, каждый раз отбрасывая водную фазу.

Раствор, содержащий Ag, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением водой готовят раствор массовой концентрации Ag 0,02 мг/$см^3$, раствор применяют свежеприготовленным.

Раствор, содержащий Cl, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением водой готовят раствор массовой концентрации Cl 0,01 мг/$см^3$, раствор применяют свежеприготовленным.

3.5.3.2. *Проведение анализа*

Для устранения мешающего влияния примесей, находящихся в анализируемом препарате (например Bi^{3+}, Co^{2+}, Cd^{2+}, Ni^{2+}, Fe^{2+}, Pb^{2+}), проводят предварительную очистку его дитизоном следующим образом.

200 г (110 $см^3$) анализируемого препарата помещают в коническую колбу, содержащую 200 $см^3$ воды, раствор охлаждают до комнатной температуры, погружая колбу в холодную воду со льдом. Раствор переносят в делительную воронку (ВД-3—1000), прибавляют 5 $см^3$ раствора дитизона в хлороформе (раствор I) и встряхивают в течение 5 мин. После расслаивания органический слой отбрасывают, раствор анализируемого препарата промывают 2—3 раза очищенным четыреххлористым углеродом порциями по 5—10 $см^3$, отбрасывая каждый раз органический слой.

Определение проводят при температуре растворов (20 ± 1) °С. При более высоких или низких температурах растворы серной кислоты и дитизона помещают в термостат и выдерживают при температуре (20 ± 1) °С в течение 30 мин.

В три делительные воронки помещают по 77 см^3 очищенного раствора препарата (соответствует 50 г серной кислоты), затем добавляют в первую делительную воронку 1 см^3 разбавленного раствора, содержащего Cl, и 0,5 см^3 воды, во вторую делительную воронку — 1,5 см^3 разбавленного раствора, содержащего Cl, в третью делительную воронку прибавляют 1,5 см^3 воды. Затем в каждую воронку прибавляют по 2,5 см^3 разбавленного раствора, содержащего Ag, тщательно перемешивают растворы и выдерживают 10 мин.

К полученным растворам прибавляют по 10 см^3 раствора дитизона II и встряхивают 5 мин. После расслоения органические фазы помещают в сухие кюветы.

Водную фазу из третьей делительной воронки дважды промывают очищенным четыреххлористым углеродом порциями по 5 см^3, отбрасывая каждый раз органические слои.

Очищенную водную фазу используют для приготовления контрольного раствора, для чего к водной фазе прибавляют 2,5 см^3 разбавленного раствора, содержащего Ag, 10 см^3 раствора дитизона в четыреххлористом углероде (раствора II) и встряхивают 5 мин. После расслоения жидкости органическую фазу помещают в сухую кювету.

Измеряют оптическую плотность полученных растворов на спектрофотометре при длине волны $\lambda = (615 \pm 10)$ нм по отношению к контрольному раствору.

3.5.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлоридов (X) в процентах вычисляют по формулам:

$$X = \frac{X_1 + X_2}{2};$$

$$X_1 = \frac{0{,}010 \cdot D_3 \cdot 100}{(D_1 - D_3) \cdot 50 \cdot 1000};$$

$$X_2 = \frac{0{,}015 \cdot D_3 \cdot 100}{(D_2 - D_3) \cdot 50 \cdot 1000},$$

где D_1 — оптическая плотность первого раствора;

D_2 — оптическая плотность второго раствора;

D_3 — оптическая плотность третьего раствора.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (X_1, X_2), относительное расхождение между которыми не превышает 40 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 20 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.5.3, 3.5.3.1, 3.5.3.2, 3.5.3.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3.6. Определение массовой доли нитратов

3.6.1. *Фотоколориметрическое определение с салициловой кислотой и гидроокисью натрия*

3.6.1.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба 1 (2) — 50 (100) — 2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 1 (2), 5 (10, 25) см^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота салициловая.

Кислота серная по настоящему стандарту, не содержащая нитратов или свежеперегнанная; готовят следующим образом: серную кислоту перегоняют в приборе из кварцевого стекла, отбирают среднюю фракцию, не содержащую железа и селена и дающую отрицательную реакцию на хлориды и нитраты.

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

Раствор, содержащий NO_3; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор концентрации 0,1 мг в 1 см^3.

Фотоколориметр любого типа. Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

3.6.1.2. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 0; 0,01; 0,03; 0,05; 0,07; 0,09; 0,11 мг NO_3, доливают объемы водой до 5,4 см^3, прибавляют по 0,1 г салициловой кислоты и по 11 см^3 серной кислоты, не содержащей нитратов. Смесь взбалтывают

периодически в течение 10 мин. После охлаждения до 20 °С объемы растворов доводят водой до метки и перемешивают.

Полученные растворы по 25 $см^3$ переносят пипеткой в мерные колбы вместимостью по 50 $см^3$, осторожно, при перемешивании, прибавляют 20 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, охлаждают, объемы растворов доводят водой до метки и перемешивают. Затем измеряют оптическую плотность растворов по отношению к воде при длине волны 415 нм.

По полученным значениям оптической плотности после вычитания оптической плотности контрольного раствора строят градуировочный график.

3.6.1.3. *Проведение анализа*

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 5,4 $см^3$ воды, прибавляют 0,1 г салициловой кислоты и 20,0 г (11 $см^3$) анализируемого препарата. Смесь взбалтывают периодически в течение 10 мин. После охлаждения до 20 °С объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. 25 $см^3$ полученного раствора (соответствует 5,0 г препарата) переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, осторожно, при перемешивании, прибавляют 20 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, охлаждают, объем раствора доводят до метки и перемешивают.

Затем измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения, содержащему серную кислоту (не содержащую нитратов) и те же объемы растворов, при длине волны 415 нм.

По полученным значениям оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу NO_3 в анализируемом препарате.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 50 % для препарата квалификации «химически чистый» и 20 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 40 % для препарата квалификации «химически чистый» и ± 20 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый» при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6.2. *Визуально-колориметрическое определение с салициловокислым натрием и мочевиной*

3.6.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба 1 (2)—100 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—100—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 5, 10, 25 $см^3$.

Пробирка вместимостью 100 $см^3$ диаметром 18—20 мм.

Цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Раствор, содержащий NO_3; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят массовой концентрации NO_3 0,1 мг/$см^3$.

Натрий салициловокислый, раствор с массовой долей 10 %.

Мочевина (карбамид) по ГОСТ 6691, 20 %-ный раствор.

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

3.6.2.2. *Проведение анализа*

7 $см^3$ воды, 2 $см^3$ раствора мочевины, 1 $см^3$ раствора салициловокислого натрия помещают в мерную колбу, прибавляют 40 г (около 22 $см^3$) анализируемого препарата, перемешивают и через 5 мин осторожно, при перемешивании, прибавляют воду. После охлаждения до 20 °С объем раствора доводят водой до метки и перемешивают — раствор А.

Одновременно готовят два раствора сравнения следующим образом: в две мерные колбы помещают раствор, содержащий:

для препарата «химически чистый» для нормы 0,00005 % — 0,01 мг NO_3,

для препарата «чистый для анализа» — 0,01 мг NO_3,

для препарата «чистый» — 0,10 мг NO_3.

Объем растворов доводят водой до 2 $см^3$, прибавляют по 2 $см^3$ раствора мочевины, по 1 $см^3$ раствора салициловокислого натрия и по 20 г (около 11 $см^3$) анализируемого препарата.

Содержимое колб перемешивают и через 5 мин осторожно, при перемешивании, прибавляют воду, после охлаждения растворов до 20 °С объем доводят водой до метки и перемешивают — растворы 1 и 2.

Для проведения анализа в три колбы вместимостью по 100 $см^3$ помещают соответственно 25 $см^3$ раствора А (соответствует 10 г препарата), 25 $см^3$ раствора 1 (соответствует 5 г препарата и 0,0025 мг NO_3) и 25 $см^3$ раствора 2 (соответствует 5 г препарата и 0,025 мг NO_3). Осторожно, при перемешивании, прибавляют в каждую колбу по 40 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, затем растворы охлаждают до 20 °С и переносят в пробирки.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора препарата при сравнении по оси пробирки не будет интенсивнее окраски:

раствора 1 — для препарата «химически чистый» и «чистый для анализа»;

раствора 2 — для препарата «чистый».

Так как в растворы сравнения вводят 1/2 часть навески препарата, вычисление массовой доли нитратов в процентах проводят для навески 5 г.

При разногласиях в оценке массовой доли нитратов и при анализе препарата по норме 0,00002 % определение проводят визуально колориметрическим методом с хинализарином по п. 3.6.3.

3.6.2.1, 3.6.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.6.3. *Визуально-колориметрическое определение с хинализарином*

3.6.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колбы 2—100—2; 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1—100—14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 5 и 10 (25) $см^3$.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—25 (50) по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Олова (II) хлорид, 2-водный по ТУ 6—09—5393, раствор с массовой долей 0,3 %, готовят следующим образом: 0,30 г препарата помещают в колбу с пришлифованной пробкой, прибавляют 50 $см^3$ воды и 5 $см^3$ серной кислоты; содержимое колбы тщательно перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают; раствор годен в течение 3 сут.

1,2,5,8-тетрагидроксиантрахинон (хинализарин), ч. д. а., раствор с массовой долей 0,035 % в серной кислоте, готовят следующим образом: 0,060 г хинализарина взвешивают в стаканчике и количественно переносят в сухую колбу с помощью нескольких кубических сантиметров серной кислоты. Затем закрывают колбу пробкой, осторожно перемешивают ее содержимое до полного растворения, доводят объем раствора серной кислотой до метки, закрывают колбу пробкой и перемешивают.

Реактив на нитраты, готовят следующим образом: 5 $см^3$ раствора хинализарина, отобранные сухой пипеткой, помещают в сухую колбу, доводят объем раствора серной кислотой до метки и перемешивают.

Раствор, содержащий NO_3, готовят следующим образом: 0,0080 г азотнокислого калия взвешивают в стаканчике, переносят количественно в колбу раствором хинализарина, колбу закрывают пробкой и содержимое тщательно перемешивают до полного растворения азотнокислого калия, затем доводят объем раствора до метки раствором хинализарина и перемешивают; 5 $см^3$ полученного раствора массовой концентрации 0,1 мг NO_3 в 1 $см^3$ отбирают с помощью сухой пипетки, помещают в сухую колбу 2—50—2, доводят объем раствора серной кислотой до метки и тщательно перемешивают; полученный раствор имеет массовую концентрацию NO_3 0,01 мг/$см^3$.

3.6.3.2. *Проведение анализа*

Определение проводят, используя сухую посуду.

27 $см^3$ (50 г) анализируемого препарата квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа» и 11 $см^3$ (20 г) препарата квалификации «чистый», отобранных по объему цилиндром с ценой деления 1 $см^3$, помещают в сухую коническую колбу, закрывают ее пробкой. Одновременно готовят растворы сравнения.

В сухие конические колбы помещают по 0,1 $см^3$ раствора хлорида олова (II), прибавляют по 27 $см^3$ анализируемого препарата квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа» и по 11 $см^3$ препарата квалификации «чистый», закрывают колбы пробками, содержимое колб осторожно перемешивают и выдерживают при комнатной температуре 20 мин.

Затем сухой пипеткой прибавляют в растворы сравнения соответственно 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 $см^3$ разбавленного раствора, содержащего NO_3 массовой концентрации NO_3 0,01мг/$см^3$ для препарата квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа» или 0,5; 1,0 и 1,5 $см^3$ раствора, содержащего NO_3 массовой концентрации NO_3 0,1мг/$см^3$ для препарата квалификации «чистый»,

перемешивают, прибавляют в те же колбы 3,0; 2,5; 2,0; 1,5; 1,0; 0,5; 0 $см^3$ раствора реактива на нитраты для препарата квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа» или 1,0; 0,5; 0 $см^3$ раствора в серной кислоте хинализарина с массовой долей 0,035 % для препарата квалификации «чистый», закрывают колбы пробками и перемешивают.

Растворы сравнения должны иметь четкую градацию по окраске.

В анализируемый раствор препарата квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа» прибавляют 3 $см^3$ раствора реактива на нитраты, добавляют для реактива квалификации «чистый» 1,5 $см^3$ раствора хинализарина с массовой долей 0,035 % в серной кислоте, закрывают колбы пробками и перемешивают. Через 20 мин в анализируемые растворы осторожно прибавляют 0,1 $см^3$ раствора хлорида олова (II), закрывают колбы пробками и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если при наблюдении на фоне молочного стекла в проходящем свете синяя окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее синей окраски раствора сравнения, содержащего:

для препарата «химически чистый» — 0,010 мг (0,025 мг) NO_3;

для препарата «чистый для анализа» — 0,025 мг NO_3;

для препарата «чистый» — 0,10 мг NO_3.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 25 % для препарата квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа», ± 50 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.6.3—3.6.3.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3.7. Определение массовой доли аммонийных солей проводят по ГОСТ 24245. При этом 10,0 г (5,4 $см^3$) препарата х. ч. или 5,0 г (2,7 $см^3$) препарата ч. д. а. и ч. помещают осторожно в колбу вместимостью 100 $см^3$ с меткой на 50 $см^3$, содержащую 10 $см^3$ воды. Раствор охлаждают и нейтрализуют (при охлаждении) по универсальной индикаторной бумаге раствором гидроокиси натрия с массовой долей 30 %, не содержащим NH_4 (готовят по ГОСТ 4517).

После охлаждения объем раствора доводят водой до 50 $см^3$ и перемешивают.

Далее определение проводят по ГОСТ 24245.

Масса аммонийных солей не должна превышать:

для препарата «химически чистый» — 0,010 мг NH_4,

для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг NH_4,

для препарата «чистый» — 0,025 мг NH_4.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.7.1, 3.7.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов

3.8.1. *Тиоацетамидный метод*

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 10 г (5,5 $см^3$) препарата выпаривают на песчаной бане в платиновой или кварцевой чашке до 2 $см^3$.

Остаток осторожно количественно переносят в колбу вместимостью 50 $см^3$ (с меткой на 25 $см^3$), содержащую 5 $см^3$ воды. К полученному раствору прибавляют 1 $см^3$ раствора виннокислого калия-натрия и осторожно по каплям нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос). Раствор охлаждают, доводят объем водой до метки и далее определение проводят тиоацетамидным методом фотометрически или визуально-колориметрически.

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

для препарата «химически чистый» — 0,01 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 0,02 мг,

для препарата «чистый» — 0,05 мг.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.8.2. *Сероводородный метод*

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 20,0 г (11 $см^3$) препарата выпаривают в присутствии 10 мг углекислого натрия (по ГОСТ 83) на песчаной бане или электроплитке в вытяжном шкафу до объема около 2 $см^3$, охлаждают, осторожно добавляют 1 $см^3$ азотной кислоты и выпаривают досуха. Остаток охлаждают, растворяют в 10 $см^3$ горячей воды, охлаждают и нейтрализуют раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге до слабощелочной реакции, доводят объем до 20 $см^3$ и далее определение проводят сероводородным методом.

Наблюдаемое через 10 мин окрашивание анализируемого раствора не должно быть интенсивнее окрашивания раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,01 мг Pb,

для препарата «чистый для анализа» — 0,04 мг Pb,

для препарата «чистый» — 0,10 мг Pb и те же количества реактивов.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят фотометрически тиоацетамидным методом.

3.9 Определение массовой доли железа

3.9.1. *Сульфосалициловый метод*

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 10,0 г (5,5 см^3) препарата помещают в фарфоровую, кварцевую или платиновую чашку и выпаривают на электрической плитке приблизительно до 2 см^3. Содержимое чашки охлаждают, переносят количественно в колбу вместимостью 50 см^3, содержащую 10 см^3 воды. Далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

для препарата «химически чистый» — 0,005 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг,

для препарата «чистый» — 0,030 мг.

3.9.2. *2,2′-дипиридиловый метод*

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 10,0 г (5,5 см^3) препарата выпаривают в платиновой чашке до объема около 2 см^3. Остаток охлаждают и переводят в стакан вместимостью 250 см^3, содержащий воду, и осторожно разбавляют водой до объема 20 см^3. После охлаждения pH раствора доводят раствором аммиака до 2 по универсальной индикаторной бумаге. Далее анализ проводят 2,2′-дипиридиловым методом.

По полученным значениям оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в анализируемом растворе.

3.9.1, 3.9.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.9.3. *1, 10-фенантролиновый метод*

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 10,0 г (5,5 см^3) препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, содержащую 10 см^3 воды, прибавляют 1 каплю раствора *п*-нитрофенола (готовят по ГОСТ 4919.1), нейтрализуют при охлаждении раствором аммиака с массовой долей 25 % по ГОСТ 24127, ос. ч. 25—5, до появления желтого цвета, добавляют 5 см^3 раствора 1,10-фенантролина, нагревают 10 мин на водяной бане и охлаждают. Далее определение проводят 1,10-фенантролиновым методом, проводя измерения оптических плотностей в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

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

для препарата «химически чистый» — 0,002 мг (0,005 мг) Fe;

для препарата «чистый для анализа» — 0,005 мг (0,010 мг) Fe;

для препарата «чистый» — 0,030 мг Fe.

Допускается проводить определение массовой доли железа роданидным методом по ГОСТ 10555 и методом атомно-эмиссионной спектроскопии по ГОСТ 27566.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение проводят фотометрическим 2,2′-дипиридиловым или 1,10-фенантролиновым методом.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.10. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485.

При этом 10 г (5,5 см^3) препарата осторожно при перемешивании помещают в колбу прибора для определения мышьяка, содержащую 60 см^3 воды. К полученному раствору прибавляют еще 6 см^3 анализируемой кислоты, перемешивают и охлаждают. Далее определение проводят арсиновым методом, не прибавляя раствора серной кислоты.

Для определения 0,0001 мг As используют стеклянные трубки с внутренним диаметром 1 мм, изготовленные из пипеток вместимостью 0,1 см^3. На верхний конец трубки помещают кружок бромнортутной бумаги диаметром 10 мм, затем кружок фильтровальной бумаги диаметром 15—20 мм и плотно прижимают их резиновым кольцом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумажки от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумажки от раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым в тех же условиях и содержащего в 30 см^3 воды:

для препарата «химически чистый» — 0,0001 мг As;

для препарата «чистый для анализа» — 0,0003 мг As;

для препарата «чистый» — 0,0010 мг As;

6 $см^3$ анализируемой кислоты, 0,5 $см^3$ раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

Допускается проводить определение методом с применением диэтилдитиокарбамата серебра.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка определение проводят арсиновым методом.

3.8—3.10. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.11. Определение массовой доли селена

3.11.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—50—18 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 5 (10) $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор с массовой долей 2 %, готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Раствор, содержащий Se, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации селена 0,01 мг/$см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.11.2. *Проведение анализа*

10 г (около 5,5 $см^3$) препарата осторожно помещают в колбу, содержащую 10 $см^3$ воды, перемешивают и охлаждают. Затем к раствору прибавляют 1 $см^3$ соляной кислоты, 5 $см^3$ раствора сернокислого гидразина, раствор нагревают до кипения и выдерживают при 80 °С в течение 10 мин.

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

для препарата «химически чистый» — 0,01 мг Se,

для препарата «чистый для анализа» — 0,01 мг Se,

для препарата «чистый» — 0,005 мг Se,

1 $см^3$ соляной кислоты и 5 $см^3$ раствора сернокислого гидразина.

3.12. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих $KMnO_4$ в виде SO_2

3.12.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка вместимостью 1 $см^3$ с ценой деления 0,01 $см^3$; вместимостью 2 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$; вместимостью 1 (2) $см^3$ с ценой деления 0,01 $см^3$; вместимостью 5 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$.

Пипетка вместимостью 25 $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,01 моль/$дм^3$ (0,01 н.), свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 25794.2.

3.12.2. *Проведение анализа*

20 г (около 11 $см^3$) препарата осторожно, при перемешивании, прибавляют к 60 $см^3$ воды. Раствор охлаждают до 20 °С и прибавляют к нему по каплям из бюретки раствор марганцовокислого калия:

для препарата «химически чистый» — 0,13 (0,20) $см^3$,

для препарата «чистый для анализа» — 0,20 $см^3$,

для препарата «чистый» — 0,26 $см^3$.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемое розовое окрашивание анализируемого раствора не будет исчезать в течение 5 мин.

Одновременно с анализом проводят контрольный опыт.

3.11.2—3.12.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.13. Проба Савалля

3.13.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Гр-50—14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 10 $см^3$.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

3.13.2. *Проведение анализа*

В колбу вместимостью 40—50 $см^3$, имеющую длину шейки 80—100 мм, помещают 10 $см^3$ спирта.

В 3—4 приема при постоянном перемешивании в колбу со спиртом по стенке колбы прибавляют 10 $см^3$ анализируемой кислоты. Не прерывая взбалтывания, колбу с содержимым вводят в

верхнюю часть пламени спиртовой горелки, имеющей высоту пламени 40—50 мм, и нагревают до тех пор, пока не появятся пузырьки, образующие на поверхности жидкости легкую пену (обычно на это требуется 30—45 с).

После остывания жидкость сравнивают с таким же объемом спирта в такой же колбе.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если по остывании жидкость в колбе остается бесцветной.

Проводят одновременно три параллельных определения.

3.13.1, 3.13.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают, герметизируют и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885. Допускается объемная дозировка препарата.

На этикетке должна быть указана плотность кислоты (1,83 г/см^3).

Вид и тип тары: 3—1, 3—6, 8—1, 8—3, 3—8, 3—11, 8—2, 8—5, 10—1.

Группа фасовки: V, VI, VII (не более 30 дм^3).

На горловину тары (3—1 и 8—1) накладывают тканевую салфетку, обвязывают пеньковым шпагатом, хлорвиниловой нитью или другой прочной нитью, затем гипсуют. Допускается вместо гипсования накладывать полиэтиленовую пленку в два слоя с последующей обвязкой.

Потребительскую тару упаковывают в металлические, полимерные или деревянные ящики или контейнеры. При отсутствии фиксирующих элементов в транспортной таре промежуток между потребительской и транспортной тарой заполняют индифферентным материалом.

Для упаковки тары с серной кислотой применяют древесную стружку, пропитанную растворами хлористого кальция, хлористого магния или сернокислого аммония, а также шлаковату или другой негорючий уплотняющий материал.

На тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433 (класс 8, подкласс 8.1, черт. 8, классификационный шифр 8112) и серийный номер ООН 1830.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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 гарантирует соответствие серной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

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

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Серная кислота и ее пары обладают сильным прижигающим и раздражающим слизистые оболочки действием.

При попадании на кожу и слизистые оболочки серная кислота вызывает тяжелые ожоги.

6.2. При работе с препаратом необходимо строго соблюдать меры, предупреждающие выделение серного ангидрида в воздух, попадание серной кислоты на кожу, применять индивидуальные средства защиты (халаты с длинными рукавами по ГОСТ 12.4.131, респираторы, защитные очки, резиновые перчатки, нарукавники, резиновые фартуки), а также соблюдать меры личной гигиены.

6.3. Предельно допустимая концентрация серной кислоты и серного ангидрида в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 1 мг/м^3. При превышении ПДК пары серной кислоты раздражают и прижигают слизистые оболочки верхних дыхательных путей, поражают легкие. Класс опасности 2 по ГОСТ 12.1.005.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.4. Помещения, в которых проводятся работы с серной кислотой, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17.06.77 № 1513**
3. **Периодичность проверки — 5 лет**
4. **Стандарт содержит все требования СТ СЭВ 3856—82**
5. **В стандарт введен международный стандарт ИСО 6353-2—83 (Р.37)**
6. **ВЗАМЕН ГОСТ 4204—66**
7. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	6.3
ГОСТ 12.4.131—83	6.2
ГОСТ 83—79	3.8.2
ГОСТ 127.1-93 — ГОСТ 127.5-93	1.5
ГОСТ 1277—75	3.5.1
ГОСТ 1770—74	3.3.1; 3.5.3.1; 3.6.1.1; 3.6.2.1; 3.6.3.1
ГОСТ 3118—77	3.11.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4212—76	3.5.1; 3.5.3.1; 3.6.1.1; 3.6.2.1; 3.11.1
ГОСТ 4217—77	3.6.3.1
ГОСТ 4328—77	3.3.1; 3.6.1.1; 3.6.2.1
ГОСТ 4461—77	3.5.1
ГОСТ 4517—87	3.7; 3.11.1
ГОСТ 4919.1—77	3.3.1; 3.9.3
ГОСТ 5841—74	3.11.1
ГОСТ 6691—77	3.6.2.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1; 3.5.3.1; 3.6.1.1; 3.6.2.1; 3.6.3.1; 3.11.1; 3.12.1
ГОСТ 10485—75	3.10
ГОСТ 10555—75	3.9.1; 3.9.2; 3.9.3
ГОСТ 14871—76	3.2
ГОСТ 17319—76	3.8.1; 3.8.2
ГОСТ 18300—87	3.13.1
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 20298—74	3.5.3.1
ГОСТ 20490—75	3.12.1
ГОСТ 24127—80	3.9.3
ГОСТ 24245—80	3.7
ГОСТ 25336—82	3.3.1; 3.5.1; 3.5.3.1; 3.6.2.1; 3.6.3.1; 3.11.1; 3.13.1
ГОСТ 25794.1—83	3.3.1
ГОСТ 25794.2—83	3.12.1
ГОСТ 27025—86	3.1а; 3.2
ГОСТ 27068—86	3.5.3.1
ГОСТ 27184—86	3.4
ГОСТ 27566—87	3.9.3
ТУ 6—09—4263—76	3.5.3.1
ТУ 6—09—06—800—76	3.5.3.1
ТУ 6—09—07—1684—89	3.5.3.1
ТУ 6—09—5169—84	3.3.1
ТУ 6—09—5171—84	3.3.1
ТУ 6—09—5393—88	3.6.3.1

8. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**
9. **ИЗДАНИЕ (октябрь 2006 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1984 г., июне 1990 г. (ИУС 6—84, 9—90)**

Переиздание (по состоянию на апрель 2008 г.)

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Подписано в печать 21.05.2008. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,50. Тираж 39 экз. Зак. 570.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru 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