

ГОСТ 5821-78

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА СУЛЬФАНИЛОВАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Б3 6-2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Реактивы
КИСЛОТА СУЛЬФАНИЛОВАЯ

ГОСТ
5821-78

Технические условия
Reagents. Sulphanilic acid. Specifications

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 реагент — 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 (%)
1. Массовая доля сульфаниловой кислоты ($C_6H_5NO_3S$), %, 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 ректифицированный 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 см³, растворяют в 75 см³ горячей воды, охлаждают, прибавляют 0,2 см³ 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, см³;

m — масса навески, г;

0,01732 — масса сульфаниловой кислоты, соответствующая 1 см³ 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 см³, растворяют в 100 см³ 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 см³ 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 см³ 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 см³, прибавляют 40 см³ 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 NO₂,
- для препарата чистый — 0,0004 мг NO₂,
- и 1 см³ реактива Грисса.

3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом 10 см³ фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата), полученного по п. 3.7, помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 см³, прибавляют 15 см³ 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 см³ (с меткой на 100 см³) и растворяют в 100 см³ 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 см³ фильтрата (соответствуют 1 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 20 см³ 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, Коломенский пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru

Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов – тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102