

ГОСТ 5821-78

Группа Л52

## МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

### РЕАКТИВЫ

### КИСЛОТА СУЛЬФАНИЛОВАЯ

### ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

### REAGENTS. SULPHANILIC ACID. SPECIFICATIONS

МКС 71.040.30

Дата введения 1979-01-01

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 03.02.78 N 363 дата введения установлена 01.01.79

Ограничение срока действия снято по протоколу N 3-93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6-93)

ВЗАМЕН ГОСТ 5821-69

ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2003 г.

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.

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 прокаливании 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<sup>3</sup>, растворяют в 75 см<sup>3</sup> горячей воды, охлаждают, прибавляют 0,2 см<sup>3</sup> 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 гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  - масса навески, г;

0,01732 - масса сульфаниловой кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> точно 0,1 н. раствора гидроксида 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<sup>3</sup>, растворяют в 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, прибавляют 40 см<sup>3</sup> 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<sup>2</sup>,

для препарата чистый - 0,0004 мг NO<sup>2</sup>,

и 1 см<sup>3</sup> реактива Грисса.

### 3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом 10 см<sup>3</sup> фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата), полученного по п.3.7, помещают в коническую колбу вместимостью 50-100 см<sup>3</sup>, прибавляют 15 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> (с меткой на 100 см<sup>3</sup>) и растворяют в 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> фильтрата (соответствуют 1 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 20 см<sup>3</sup> 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.

Текст документа сверен по:  
официальное издание  
М.: ИПК Издательство стандартов, 2004