# ГОСТ 4204-77 (СТ СЭВ 3856-82) Реактивы. Кислота серная. Технические условия (с Изменениями N 1, 2, с Поправкой)

ГОСТ 4204-77
(СТ СЭВ 3856-82)

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КИСЛОТА СЕРНАЯ

Технические условия

Reagents. Sulphuric аcid. Specifications

ОКП 26 1212 0021 05

Дата введения 1978-07-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.Г.Брудзь, И.Л.Ротенберг (руководитель темы), Л.Я.Мазо, З.А.Жукова, Л.В.Кидиярова, О.С.Рыженкова, Н.П.Никонова, Т.Г.Манова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17.06.77 N 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 127-76  | 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 решению Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 5-94)

9. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1994 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в феврале 1984 г., июне 1990 г. (ИУС 6-84, 9-90)

ВНЕСЕНА поправка, опубликованная в ИУС N 1, 2014 год

Поправка внесена изготовителем базы данных

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 HSO.

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

Плотность около 1,83 г/см.

(Измененная редакция, Изм. N 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 и 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 (НSO), % | 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 (Сl), %, не более  | 0,00002 | 0,00005 | 0,00010 |
| 5. Массовая доля нитратов (NО), %, не более  | 0,00002 (0,00005) | 0,00005 | 0,00050 |
| 6. Массовая доля аммонийных солей (NH), %, не более  | 0,0001 | 0,0002 | 0,0005 |
| 7. Массовая доля тяжелых металлов (Рb), %, 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 КМnО, % (в пересчете на SO), 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. N 1, 2).

(Поправка. ИУС N 1-2014).

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 127-76).

1.4 и 1.5. (Введены дополнительно, Изм. N 2).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

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

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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. N 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73.

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

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

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.2. Определение внешнего вида

Определение проводят по ГОСТ 14871-76 и ГОСТ 27025-86.

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 с ценой деления 0,1 см.

Колба Кн-2-500-40 ТХС или Кн-1-500-29/32 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр 1(3)-250 по ГОСТ 1770-74.

Метиловый красный (индикатор) по ТУ 6-09-5169-84, раствор с массовой долей 0,1%, готовят по ГОСТ 4919.1-77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Метиловый оранжевый (индикатор) по ТУ 6-09-5171-84, раствор с массовой долей 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1-77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации  (NaOH) = 1 моль/дм (1 н); готовят по ГОСТ 25794.1-83.

Смешанный индикатор, метилового красного и метиленового голубого; готовят по ГОСТ 4919.1-77.

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 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 () вычисляют по формуле

,

где  - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно  (NaOH) = 1 моль/дм (1 н), израсходованный на титрование анализируемого препарата, см;

0,04904 - масса серной кислоты, соответствующая 1,00 смраствора гидроокиси натрия концентрации точно  (NaOH) = 1 моль/дм (1 н), г;

 - 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 = 0,

95.

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания

Определение проводят по ГОСТ 27184-86. При этом 100 г (55 см) препарата помещают в кварцевую или платиновую чашку вместимостью 200 см, 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.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Значение, указанное в скобках, установлено для нормы, действующей до 01.01.90.

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 = 0,95.

3.1-3.4. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.5. Определение массовой доли хлоридов

3.5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Пипетка вместимостью 5 (10, 25) см.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, х.ч., раствор с массовой долей 25%.

Раствор, содержащий Сl, массовой концентрации Сl 1 мг/см, готовят по ГОСТ 4212-76; соответствующим разбавлением водой готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см Сl.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, раствор с массовой долей 1,7%.

3.5.2. Проведение анализа

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

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 Сl,

для препарата "чистый для анализа" - 0,010 мг Сl,

для препарата "чистый" - 0,020 мг Сl,

4 см азотной кислоты и 2 см 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. N 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 25336-82.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

Пипетка вместимостью 2 и 5 (10) см.

Воронка ВД-1-250 ХС; ВД-3-1000 ХС по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр 1-100(250) по ГОСТ 1770-74.

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 6709-72.

Дитизон по ТУ 6-09-07-1684-89, ч. д. а.

Раствор I концентрации  (CHNHNHCSN = NCH)= 1·10 моль/дм в хлороформе, готовят следующим образом: 0,0256 г дитизона помещают в сухую мерную колбу, прибавляют 80 см хлороформа, перемешивают до растворения дитизона, доводят объем раствора хлороформом до метки и перемешивают;

раствор II концентрации  (CHNHNHCSN = NCH) = 5·10 моль/дм в четыреххлористом углероде, готовят следующим образом: 5 см 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 27068-86, ч.д.а., раствор с массовой долей 2,5%.

Хлороформ по ТУ 6-09-4263-76 для хроматографии или по ТУ 6-09-06-800-76, х.ч. для спектроскопии.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20298-74, х.ч., очищенный следующим образом: к 500 см четыреххлористого углерода, помещенного в делительную воронку (ВД-3-1000) прибавляют 200 см 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 4212-76, соответствующим разбавлением водой готовят раствор массовой концентрации Ag 0,02 мг/см, раствор применяют свежеприготовленным.

Раствор, содержащий Сl, готовят по ГОСТ 4212-76, соответствующим разбавлением водой готовят раствор массовой концентрации Сl 0,01 мг/см, раствор применяют свеже

приготовленным.

3.5.3.2. Проведение анализа

Для устранения мешающего влияния примесей, находящихся в анализируемом препарате (например , , , , , ), проводят предварительную очистку его дитизоном следующим образом.

200 г (110 см) анализируемого препарата помещают в коническую колбу, содержащую 200 см воды, раствор охлаждают до комнатной температуры, погружая колбу в холодную воду со льдом. Раствор переносят в делительную воронку (ВД-3-1000), прибавляют 5 см 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, 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 очищенного раствора препарата (соответствует 50 г серной кислоты), затем добавляют в первую делительную воронку 1 смразбавленного раствора, содержащего Сl, и 0,5 см воды, во вторую делительную воронку - 1,5 см разбавленного раствора, содержащего Сl, в третью делительную воронку прибавляют 1,5 см воды. Затем в каждую воронку прибавляют по 2,5 см разбавленного раствора, содержащего Ag, тщательно перемешивают растворы и выдерживают 10 мин.

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

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

Очищенную водную фазу используют для приготовления контрольного раствора, для чего к водной фазе прибавляют 2,5 смразбавленного раствора, содержащего Ag, 10 см 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  = (615±10) нм по отношению к контрол

ьному раствору.

3.5.3.3. Обработка результатов

Массовую долю хлоридов () в процентах вычисляют по формулам:

;

;

,

где  - оптическая плотность первого раствора;

 - оптическая плотность второго раствора;

 - оптическая плотность третьего раствора.

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

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

3.5.3, 3.5.3.1, 3.5.3.2, 3.5.3.3. (Введены дополнительно, Изм. N 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 1770-74.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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 4328-77, раствор с массовой долей 20%.

Раствор, содержащий NО; готовят по ГОСТ 4212-76, соответствующим разбавлением готовят раствор концентрации 0,1 мг в 1 см.

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 смпомещают 0; 0,01; 0,03; 0,05; 0,07; 0,09; 0,11 мг NO, доливают объемы водой до 5,4 см, прибавляют по 0,1 г салициловой кислоты и по 11 см 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 переносят пипеткой в мерные колбы вместимостью по 50 см, осторожно, при перемешивании, прибавляют 20 см 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 помещают 5,4 см воды, прибавляют 0,1 г салициловой кислоты и 20,0 г (11 см) анализируемого препарата. Смесь взбалтывают периодически в течение 10 мин. После охлаждения до 20 °С объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. 25 см полученного раствора (соответствует 5,0 г препарата) переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см, осторожно, при перемешивании, прибавляют 20 см 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 NО 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 = 0,95.

(Измененная редакция, Изм. N 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 1770-74.

Колба Кн-2-100-34 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Пипетка вместимостью 5, 10, 25 см.

Пробирка вместимостью 100 см диаметром 18-20 мм.

Цилиндр 1(3)-50 по ГОСТ 1770-74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Раствор, содержащий NО; готовят по ГОСТ 4212-76, соответствующим разбавлением готовят массовой концентрации NО 0,1 мг/см.

Натрий салициловокислый, раствор с массовой долей 10%.

Мочевина (карбамид) по ГОСТ 6691-77, 20%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор с массовой долей 20%.

3.6.2.2. Проведениe анализа

7 см воды, 2 см раствора мочевины, 1 см раствора салициловокислого натрия помещают в мерную колбу, прибавляют 40 г (около 22 см) 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 NО,

для препарата "чистый для анализа" - 0,01 мг NО,

для препарата "чистый" - 0,10 мг NO.

Объем растворов доводят водой до 2 см, прибавляют по 2 смраствора мочевины, по 1 см раствора салициловокислого натрия и по 20 г (около 11 см) 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 помещают соответственно 25 см раствора А (соответствует 10 г препарата), 25 см раствора 1 (соответствует 5 г препарата и 0,0025 мг NО) и 25 см раствора 2 (соответствует 5 г препарата и 0,025 мг NО). Осторожно, при перемешивании, прибавляют в каждую колбу по 40 см 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. N 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 1770-74.

Колба Кн-1-100-14/23 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Пипетки вместимостью 5 и 10 (25) см.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр 1(3)-25(50) по ГОСТ 1770-74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217-77.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

Олова (II) хлорид, 2-водный по ТУ 6-09-5393-88, раствор с массовой долей 0,3%, готовят следующим образом: 0,30 г препарата помещают в колбу с пришлифованной пробкой, прибавляют 50 см воды и 5 см 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-тетрагидроксилантрахинон (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 раствора хинализарина, отобранные сухой пипеткой, помещают в сухую колбу, доводят объем раствора серной кислотой до метки и перемешивают.

Раствор, содержащий NО, 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 полученного раствора массовой концентрации 0,1 мг NО в 1 смотбирают 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 NО 0,01 мг/

см.

3.6.3.2. Проведение анализа

Определение проводят используя сухую посуду.

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

В сухие конические колбы помещают по 0,1 см раствора хлорида олова (II), прибавляют по 27 см анализируемого препарата квалификации "химически чистый" и "чистый для анализа" и по 11 см 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 разбавленного раствора, содержащего NО массовой концентрации NО 0,01 мг/см для препарата квалификации "химически чистый" и "чистый для анализа" или 0,5; 1,0 и 1,5 см раствора, содержащего NО массовой концентрации NО 0,1 мг/см для препарата квалификации "чистый", перемешивают, прибавляют в те же колбы 3,0; 2,5; 2,0; 1,5; 1,0; 0,5; 0 см раствора реактива на нитраты для препарата квалификации "химически чистый" и "чистый для анализа" или 1,0; 0,5; 0 см 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 раствора реактива на нитраты, добавляют для реактива квалификации "чистый" 1,5 см 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 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) NО;

для препарата "чистый для анализа" - 0,025 мг NО;

для препарата "чистый" - 0,10 мг NО.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25% для препарата квалификации "химически чистый" и "чистый для анализа", ±50% для препарата квалификации "чистый" при доверительной вероя

тности Р = 0,95.

3.6.3-3.6.3.2. (Введены дополнительно, Изм. N 2).

3.7. Определение массовой доли аммонийных солей проводят по ГОСТ 24245-80. При этом 10,0 г (5,4 см) препарата х.ч. или 5,0 г (2,7 см) препарата ч.д.а. и ч. помещают осторожно в колбу вместимостью 100 см с меткой на 50 см, содержащую 10 см воды. Раствор охлаждают и нейтрализуют (при охлаждении) по универсальной индикаторной бумаге раствором гидроокиси натрия с массовой долей 30%, не содержащим NH (готовят по ГОСТ 4517-87).

После охлаждения объем раствора доводят водой до 50 сми перемешивают.

Далее определение проводят по ГОСТ 24245-80.

Масса аммонийных солей не должна превышать:

для препарата "химически чистый" - 0,010 мг NH,

для препарата "чистый для анализа" - 0,010 мг NH,

для препарата "чистый" - 0,025 мг NH.

(Измененная редакция, Изм. N 1,

2).

3.7,1, 3.7.2. (Исключены, Изм. N 1).

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов

3.8.1. Тиоацетамидный метод

Определение проводят по ГОСТ 17319-76. При этом 10 г (5,5 см) препарата выпаривают на песчаной бане в платиновой или кварцевой чашке до 2 см.

Остаток осторожно количественно переносят в колбу вместимостью 50 см (с меткой на 25 см), содержащую 5 см воды. К полученному раствору прибавляют 1 см 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. N 2).

3.8.2. Сероводородный метод

Определение проводят по ГОСТ 17319-76. При этом 20,0 г (11 см) препарата выпаривают в присутствии 10 мг углекислого натрия (по ГОСТ 83-79) на песчаной бане или электроплитке в вытяжном шкафу до объема около 2 см, охлаждают, осторожно добавляют 1 см азотной кислоты и выпаривают досуха. Остаток охлаждают, растворяют в 10 см горячей воды, охлаждают и нейтрализуют раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге до слабо щелочной реакции, доводят объем до 20 см 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 Рb,

для препарата "чистый для анализа" - 0,04 мг Рb,

для препарата "чистый" - 0,10 мг Рb 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 10555-75. При этом 10,0 г (5,5 см) препарата помещают в фарфоровую, кварцевую или платиновую чашку и выпаривают на электрической плитке приблизительно до 2 см. Содержимое чашки охлаждают, переносят количественно в колбу вместимостью 50 см, содержащую 10 см 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 10555-75. При этом 10,0 г (5,5 см) препарата выпаривают в платиновой чашке до объема около 2 см. Остаток охлаждают и переводят в стакан вместимостью 250 см, содержащий воду и осторожно разбавляют водой до объема 20 см. После охлаждения рН раствора доводят раствором аммиака до 2 по универсальной индикаторной бумаге. Далее анализ проводят 2,2'-дипиридилoвым методом.

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

3.9.1, 3.9.2. (Измененная редакция, Изм. N 2).

3.9.3. 1,10-фенантролиновый метод

Определение проводят по ГОСТ 10555-75. При этом 10,0 г (5,5 см) препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см, содержащую 10 см воды, прибавляют 1 каплю раствора -нитрофенола (готовят по ГОСТ 4919.1-77), нейтрализуют при охлаждении раствором аммиака с массовой долей 25% по ГОСТ 24127-80, ос.ч. 25-5, до появления желтого цвета, добавляют 5 см 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 10555-75 и методом атомно-эмиссионной спектроскопии по ГОСТ 27566-87.

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

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

3.10. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485-75.

При этом 10 г (5,5 см) препарата осторожно при перемешивании помещают в колбу прибора для определения мышьяка, содержащую 60 см воды. К полученному раствору прибавляют еще 6 см 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. 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 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 анализируемой кислоты, 0,5 см 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. N 1).

3.11. Определение массовой доли селена

3.11.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Пипетка вместимостью 5 (10) см.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841-74, раствор с массовой долей 2%, готовят по ГОСТ 4517-87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч.

Раствор, содержащий Se, готовят по ГОСТ 4212-76, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации селена 0,01 мг/см.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.11.2. Проведение анализа

10 г (около 5,5 см) препарата осторожно помещают в колбу, содержащую 10 см воды, перемешивают и охлаждают. Затем к раствору прибавляют 1 см соляной кислоты, 5 смраствора сернокислого гидразина, раствор нагревают до кипение 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 соляной кислоты и 5 см pacтвоpa сернокислого гидразина.

3.12. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих KMnO в виде SO

3.12.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Пипетка вместимостью 25 см.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, раствор концентрации  (1/5 КМnO) = 0,01 моль/дм (0,01 н.), свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 25794

.2-83.

3.12.2. Проведение анализа

20 г (около 11 см) препарата осторожно, при перемешивании, прибавляют к 60 см 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,

для препарата "чистый для анализа" - 0,20 см,

для препарата "чистый" - 0,26 см.

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. N 1, 2).

3.13. Проба Савалля

3.13.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Гр-50-14/23 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Пипетка вместимостью 10 см.

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

3.13.2. Проведение анализа

В колбу вместимостью 40-50 см, имеющую длину шейки 80-100 мм, помещают 10 смспирта.

В 3-4 приема при постоянном перемешивании в колбу со спиртом по стенке колбы прибавляют 10 см 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. N 2).

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают, герметизируют и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885-73. Допускается объемная дозировка препарата.

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

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).

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 19433-88 (класс 8, подкласс 8.1, черт.8, классификационный шифр 8112) и серийный номер ООН 1830.

(Измененная редакция, Изм. N 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. N 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 12.4.131-83, 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. При превышении ПДК пары серной кислоты раздражают и прижигают слизистые оболочки верхних дыхательных путей, поражают легкие. Класс опасности 2 по ГОСТ 12.1.005-88.

(Измененная редакция, Изм. N 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.