

ГОСТ 5817-77*

Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА ВИННАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

REAGENTS. TARTARIC ACID. SPECIFICATIONS

ОКП 26 3451 0050 05

Дата введения 1979-01-01

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 8 декабря 1977 г. N 2830 дата введения установлена 01.01.79

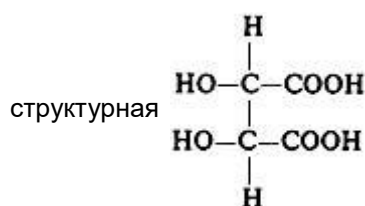
Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 14.10.92 N 1369

ВЗАМЕН ГОСТ 5817-69

* ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1997 г.) с Изменением N 1, утвержденным в октябре 1992 г. (ИУС 1-93)

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

Формулы: эмпирическая $C_4H_6O_6$



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

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

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям винная кислота должна соответствовать нормам, указанным в таблице.

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

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

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

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

3.2. Определение массовой доли винной кислоты

3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

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

Пипетка вместимостью 1 см³.

Цилиндр 1-50-2 по ГОСТ 1770-74.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1-83.

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

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

3.2.2. Проведение анализа

Около 1,0000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 2 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски.

3.2.3. Обработка результатов

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

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

где V - объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m - масса навески препарата, г;

0,03752 - масса винной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,5 моль/дм³, г.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$

3.2.1-3.2.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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

Стакан Н-1-400 ТХС по ГОСТ 25336-82.

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

3.3.2. Проведение анализа

50,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 250 см³ воды, стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 100-105 °С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа - 2,5 мг,

для препарата чистый - 5,0 мг.

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

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

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

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

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом 1,00 г препарата помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563-75), прибавляют 1 см³ раствора углекислого натрия с массовой долей 1% (ГОСТ 83-79), выпаривают на водяной бане досуха и осторожно нагревают на электрической плитке до обугливания препарата. Остаток прокалывают в муфельной печи при 400-500 °С; при неполном сгорании остатка его смачивают водой, выпаривают раствор на водяной бане досуха и снова прокалывают до получения остатка белого цвета.

Остаток растворяют в 15 см³ воды при нагревании на электрической бане и переносят раствор в коническую колбу вместимостью 50 см³. Если раствор мутный, его фильтруют через тщательно промытый горячей водой обеззоленный фильтр "синяя лента", прибавляют 0,25 см³ раствора пероксида водорода с массовой долей 3%, х.ч. (ГОСТ 10929-76) и кипятят на электрической плитке 2-3 мин.

Раствор охлаждают и доводят объем водой до 25 см³. Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

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

для препарата чистый для анализа - 0,02 мг,

для препарата чистый - 0,10 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом. 3.6. Определение массовой доли фосфатов

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

При неполном сгорании остатка его смачивают водой, выпаривают на водяной бане и снова прокаливают до получения остатка белого цвета. К остатку прибавляют 2 см³ раствора азотной кислоты и выпаривают на водяной бане почти досуха.

Остаток растворяют в 15 см³ воды при нагревании на водяной бане, охлаждают и если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента". Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³. Далее определение проводят по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса. Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса фосфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 0,015 мг,

для препарата чистый - 0,060 мг.

3.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7-74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 50 или 40 см³) и растворяют в 35 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

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

для препарата чистый для анализа - 0,010 мг,

для препарата чистый - 0,040 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом. 3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555-75. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят фотометрически роданидным методом с предварительным окислением железа надсерноокислым аммонием.

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

для препарата чистый для анализа - 0,003 мг,

для препарата чистый - 0,010 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят фотометрически.

3.3.1-3.8. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.9. Определение массовой доли кальция

3.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Пипетки вместимостью 1, 2 и 5 см³.

Пробирка диаметром 15 мм по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр 1-25-2 по ГОСТ 1770-74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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

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

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

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

3.9.2. Проведение анализа

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

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

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

для препарата чистый для анализа - $0,01 \text{ мг Са}$,

для препарата чистый - $0,02 \text{ мг Са}$,

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

Окраска раствора устойчива в течение 10

мин.

3.10. Определение массовой доли мышьяка

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

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

3.11. Определение массовой доли тяжелых металлов

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

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

анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа - 0,025 мг Рв,

для препарата чистый - 0,050 мг Рв

и те же количества реактивов.

3.9.1-3.11. (Измененная реакция, Изм. N 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2-1, 2-2, 2-4, 6-1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI.

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

4.2 Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

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

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

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

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 Обязательное

ИСО 6353-3-87

"РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. ЧАСТЬ 3. ВТОРАЯ СЕРИЯ"

P.93.(+) - ВИННАЯ КИСЛОТА

$\text{HOOC}(\text{CHON})_2\text{COOH}$

Относительная молекулярная масса

- 150,09

Р.93.1. Техническое описание

Массовая доля винной кислоты

HOOC(CHOH) ₂ COOH, %, не менее	99,5
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005
Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,002
Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005
Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,0005
Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,01

Р.93.2. Приготовление испытуемого раствора

Растворяют 20 г препарата в воде и разбавляют до 200 см³ (раствор должен быть бесцветным и прозрачным). Р.93.3. Проведение анализа

Р.93.3.1. Определение массовой доли винной кислоты

3 г препарата взвешивают с точностью до 0,0001 г, растворяют в 50 см³ воды и титруют раствором гидроокиси натрия с (NaOH) = 1 моль/дм³ с использованием раствора фенолфталеина (0,2 см³).

1,00 см³ раствора гидроокиси натрия, с (NaOH) = 1,000 моль/дм³ соответствует 0,75045 г C₄H₆O₆.

Р.93.3.2. Определение массовой доли хлоридов

Берут 20 см³ испытуемого раствора (Р.93.2), подкисляют 1 см³ азотной кислоты и проводят анализ по ОМ 2*.

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

Готовят контрольный раствор, используя 1 см³ хлоридного раствора сравнения II (1 см³ = 0,0005% Cl). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом:

1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

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

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

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

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

Р.93.3.4. Определение массовой доли железа

Растворяют 0,05 г пероксодисульфата калия в смеси 20 см³ испытуемого раствора (Р.93.2), 30 см³ воды и 5 см³ соляной кислоты и добавляют 2 см³ раствора тиоцианата аммония с массовой долей 5%.

Через 1 мин красная окраска не должна быть более интенсивной, чем окраска приготовленного таким же образом контрольного раствора с использованием 1 см³ железосодержащего раствора сравнения II (1 см³ = 0,0005% Fe). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 8,63 г NH₄Fe(SO₄)₂ · 12H₂O растворяют в 10 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 25%, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³.

Р.93.3.5. Определение остатка после прокаливания в виде сульфатов

Анализ проводят по ОМ 16* из навески 10 г.

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

Масса остатка после прокаливания не должна превышать 1 мг.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2 Обязательное

ИСО 6353-1-82

"РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. ЧАСТЬ 1. ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ"

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Подкисляют указанный объем раствора 1 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25% и прибавляют 1 см³ раствора азотнокислого серебра с массовой долей около 1,7%. Через 2 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

5.29. Атомно-абсорбционная спектрометрия ААС (ОМ 29)

5.29.1. Общие указания

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

5.29.2. Методика

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

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

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

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

5.16. Определение остатка после прокаливания (ОМ 16)

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

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

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. (Введены дополнительно, Изм. N 1).

Электронный текст документа
подготовлен ЗАО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: ИПК Издательство стандартов, 1997