

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА БОРНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

НИФТР и СТ ЦСМ при МЭиФ КР
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2006

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 БОРНАЯ

Технические условия

ГОСТ
9656—75

Reagents. Boric acid. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 1229 0010 10

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на борную кислоту — негорючее вещество, растворимое в воде, представляющее собой бесцветные, блестящие, чешуйчатые кристаллы или кристаллический порошок белого цвета.

Формула H_3BO_3 .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 61,83.
(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. По физико-химическим показателям борная кислота должна соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Значение
Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 1229 0013 07	
1. Массовая доля борной кислоты (H_3BO_3), %, не менее	99,8
2. Оптическая плотность 4 %-ного спиртового раствора препарата, не более	0,01
3. Массовая доля веществ, нелетучих при обработке этанолом, %, не более	0,05
4. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,0005
6. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0003
7. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0001
8. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001
9. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,002
10. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,0005
11. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00005
12. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0003

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Борная кислота в виде пыли вызывает раздражение кожных покровов и слизистых оболочек.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 10 мг/м³.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

Разд. 2а. (Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При выполнении операций взвешивания применяют весы лабораторные по ГОСТ 24104* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг. Допускается применение импортной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы не должна быть менее 500 г.

3.1а, 3.1. (Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Определение содержания борной кислоты

3.2.1. Реактивы, растворы и посуда

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517;

глицерин по ГОСТ 6259, раствор 1:1, нейтрализованный по фенолфталеину раствором гидроксида натрия, концентрации с (NaOH) = 0,1 моль/дм³;

кислота серная по ГОСТ 4204;

Д-маннит (маннитол) по ТУ 6-09-5484;

натрия гидроокись (натрия гидроксид) по ГОСТ 4328, растворы концентрации с (NaOH) = 1 моль/дм³, 0,5 моль/дм³, 0,2 моль/дм³ и 0,1 моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.1;

сахар инвертированный, раствор, готовят по ГОСТ 4517;

спирт этиловый (этанол) ректифицированный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта;

фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей 1 % в этаноле, готовят по ГОСТ 4919.1;

сахар-рафинал по ГОСТ 22;

колба Кн-2—250—24/29 ТС по ГОСТ 25336;

бюretка 1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 29251;

бюretка 1(2)—2—10—0,05 по ГОСТ 29251;

цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770.

3.2.2. Проведение анализа

Около 2,0000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (с притертой пробкой), растворяют в 100 см³ горячей воды, охлаждают, прибавляют 10 г маннита или 75 см³ раствора глицерина, или 60 см³ раствора сахара, перемешивают и оставляют в покое на 10—15 мин, закрыв колбу пробкой. Затем прибавляют 5—6 капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия концентрации 1 моль/дм³ до появления розовой окраски, после этого прибавляют еще 2 г маннита или 25 см³ раствора глицерина, или 20 см³ раствора сахара, и, при обесцвечивании раствора, снова титруют раствором гидроксида натрия концентрации 0,2 моль/дм³ до появления розовой окраски. Эту операцию повторяют до тех пор, пока окраска раствора не перестанет исчезать при добавлении новой порции маннита или раствора глицерина, или раствора сахара. Одновременно проводят контрольный опыт на применяемые реактивы без введения анализируемого препарата. При этом титрование проводят раствором гидроксида натрия концентрации с (NaOH) = 0,2 моль/дм³.

* С 01.07.2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

Допускается проводить определение по ГОСТ 18704 с использованием раствора гидроксида натрия концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ и навески препарата 1,0000 г.

При разногласиях в оценке массовой доли основного вещества определение проводят из навески 2,0000 г с дотитровыванием раствором гидроксида натрия концентрации c (NaOH) = 0,2 моль/дм³.

3.2.1, 3.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{\left(V_1 + \frac{V_2}{5} \right) \cdot 0,06183 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора гидроксида натрия концентрации точно c (NaOH) = 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

V_2 — объем раствора гидроксида натрия концентрации точно c (NaOH) = 0,2 моль/дм³, израсходованный на дотитровывание анализируемого раствора с учетом контрольного опыта, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,06183 — масса борной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия концентрации точно c (NaOH) = 1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

3.3. Определение оптической плотности 4 %-ного спиртового раствора препарата

2,00 г препарата помещают в колбу Кн-1—100—14/23 ТХС (ГОСТ 25336) и растворяют при нагревании с обратным холодильником (ХПТ-1—200—14/23 ХС (ГОСТ 25336) в 20 см³ этанола (спирта этилового ректифицированного технического по ГОСТ 18300, высшего сорта). Объем полученного раствора доводят этанолом до 50 см³, перемешивают, быстро охлаждают и сразу же измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоэлектролориметре типа ФЭК-М (с нейтральным светофильтром в соответствии с инструкцией прилагаемой к прибору, по способу 1) или КФК-2 (с нейтральным светофильтром К2 при длине волны (315±10) нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к этанолу.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,005.

3.3.2, 3.3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4. Определение содержания веществ, нелетучих при обработке этанолом

3.4.1. Реактивы, растворы и посуда

кислота серная по ГОСТ 4204;

этанол (спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта);

чашки из платины 115—2, 117—2, 118—2 по ГОСТ 6365.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4.2. Проведение анализа

2,00 г препарата помещают в платиновую чашку, предварительно прокаленную до постоянной массы и взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, прибавляют 25 см³ этанола и полностью растворяют при осторожном нагревании на электроплитке и перемешивании стеклянной палочкой. Раствор выпаривают на электроплитке, покрытой слоем асбеста (температура кипения триэтилбората 120 °C). Остаток растворяют в 25 см³ этанола и вновь выпаривают в таких же условиях. К остатку снова прибавляют 15 см³ этанола и вновь выпаривают (при необходимости обработку этанолом повторяют до полного улетучивания борной кислоты). К сухому остатку прибавляют 1—2 капли серной кислоты, выпаривают на электроплитке до прекращения выделения паров серной кислоты и остаток прокаливают в муфельной печи при 600—700 °C до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после прокаливания не будет превышать 1 мг.