

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ
АНИЛИН СЕРНОКИСЛЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5818—78

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

Реактивы

АНИЛИН СЕРНОКИСЛЫЙ

Технические условия

ГОСТ
5818—78

Reagents. Aniline sulphate. Specifications

ОКП 26 3612 0100 06

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на серноокислый анилин, представляющий собой кристаллы или порошок белого цвета с незначительным желтоватым, сероватым или зеленоватым оттенком. Свежеприготовленный серноокислый анилин должен быть белого цвета. Растворим в воде, трудно растворим в спирте, нерастворим в эфире. На свету и на воздухе темнеет.

Формулы: эмпирическая $(C_6H_5NH_2)_2 \cdot H_2SO_4$;

структурная $\left[\langle \text{C}_6\text{H}_5 \rangle \text{NH}_2 \right]_2 \cdot H_2SO_4$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 284,33.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Серноокислый анилин должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям серноокислый анилин должен соответствовать значениям, указанным в таблице.

Наименование показателя	Значение	
	Чистый для анализа (ч. д. а) ОКП 26 3612 0102 04	Чистый (ч.) ОКП 26 3612 0101 05
1. Массовая доля серноокислого анилина ($C_6H_5NH_2$) ₂ · H ₂ SO ₄ , %	99,8—100,5	99—101
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,015	0,040
3. Массовая доля остатка после прокаливании, %, не более	0,01	0,02
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,002
5. (Исключен, Изм. № 1).		
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	Не нормируют
7. (Исключен, Изм. № 1).		

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг, или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 130 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Определение массовой доли сернистого анилина

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

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

Колбы 2—100—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба КН-1—500—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 1, 10 и 25 см³.

Цилиндры 1(3)—25, 1(3)—50 или мензурка 50(100) по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 30 %, готовят по ГОСТ 4517, свежеприготовленный.

Калий бромноватокислый (бромид-бромат), раствор концентрации $c(\text{КВгО}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят следующим образом: около 2,78 г бромноватокислого калия и 10,00 г бромистого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 25 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий серноватокислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей около 0,5 %.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,2500 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 10 см³ раствора гидроокиси натрия, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см³ раствора пипеткой (2—2—25) переносят в коническую колбу, прибавляют из бюретки 40 см³ раствора бромидбромата калия и быстро 30 см³ раствора серной кислоты. Колбу закрывают пробкой, раствор перемешивают и оставляют на 10 мин. Затем к содержимому колбы быстро прибавляют цилиндром 10 см³ раствора йодистого калия, немедленно закрывают колбу пробкой, смочив ее раствором йодистого калия, и оставляют в темном месте на 5 мин. Затем пробку, горло и стенки колбы смывают водой и титруют выделившийся йод раствором 5-водного серноватокислого натрия до слабожелтой окраски. В конце титрования прибавляют 1 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора.

Одновременно в тех же условиях и с теми же объемами реактивов проводят контрольный опыт.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю сернистого анилина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,002369 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V — объем раствора 5-водного серноватокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

V_1 — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,002369 — масса сернокислого анилина, соответствующая 1 см³ раствора бромоватистокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,6$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.2.1—3.2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770.

3.3.2. Проведение анализа

10,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при слабом нагревании в 200 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем 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 горячей водой до исчезновения реакции на сульфат-ион (проба с раствором хлористого бария) 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 — 1,5 мг,

для препарата чистый — 4,0 мг.

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 40 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.4. Определение проводят по ГОСТ 27184 из навески 10,00 г в фарфоровом тигле с предварительным обугливанием на песчаной бане. Прокаливание проводят в муфельной печи при температуре 700—800 °С.

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 2,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ (ГОСТ 1770), растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

40 см³ фильтрата (соответствуют 1 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг Cl,

для препарата чистый — 0,02 мг Cl,

2 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

3.3.1—3.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. (Исключен, Изм. № 1).