Государственный стандарт Союза ССР ГОСТ 3118-77* (СТ СЭВ 4276-83)"Реактивы. Кислота соляная. Технические условия"(утв. постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 декабря 1977 г. N 2994)

Reagents. Hydrochio-aeap Specifications

Срок действия с 1 января 1979 г.

Ограничение срока действия снято по решению

Межгосударственного Совета по стандартизации,

метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

Настоящий стандарт распространяется на реактив - соляную кислоту (водный раствор хлористого водорода), представляющую собой бесцветную жидкость с резким запахом, дымящую на воздухе; смешивается с водой, бензолом и с эфиром. Плотность кислоты 1,15 - 1,19 $г/см^3$.

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

Формула: HCl.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 36,46.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4276-83.

1. Технические требования

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

1.2. По химическим показателям соляная кислота должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 1234 0013 04	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 1234 0012 05	Чистый (ч.) ОКП 26 1234 0011 06
1. Внешний вид	Должен выдерживать испытание по п. 3.2		
2. Массовая доля соляной кислоты (HCl), %	35-38	35-38	35-38
3. Массовая доля остатка после прокаливания (в виде сульфатов), 96, не более	0,0005 (0,001)	0,001	0,002 (0,005)
4. Массовая доля сульфитов (SO_3), %, не более	0,0002 (0,0005)	0,0005 (0,0010)	0,0010
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,0002	0,0002 (0,0005)	0,0005 (0,0010)
6. Массовая доля свободного хлора (Cl), %, не более	0,00005	0,00005	0,00010
7. Массовая доля аммонийных солей (NH_4), %, не более	0,0003	0,0003	0,0003
8. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,00005	0,00010	0,00030 (0,00050)
9. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,000005	0,000005 (0,000010)	0,000010 (0,000020)
10. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,00005 (0,00010)	0,00010	0,00020

Примечание. Соляную кислоту с нормами, указанными в скобках, допускается выпускать до 01.01.95.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2а. Требования безопасности

2а.1. Соляная кислота относится к веществам III-го класса опасности (ГОСТ 12.1.007-76). Предельно допустимая концентрация хлористого водорода в воздухе рабочей зоны - 5 $мг/м^3$. Кислота оказывает прижигающее действие на слизистые оболочки и кожу, сильно раздражает дыхательные пути.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены и не допускать попадания препарата на слизистые оболочки, кожные покровы, а также внутрь организма.

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

2а.4. Соляная кислота - негорючая и непожароопасная жидкость.

Разд. 2а. (Введен дополнительно, Изм. N 1).

2. Правила приемки

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73,

2.2. Изготовитель определяет массовую долю аммонийных солей, мышьяка и сульфитов периодически в каждой десятой партии.

3. Методы анализа

3.1а. Общие указания по проведению анализа - по НТД.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73. Масса средней пробы должна быть не менее 4500 г (3900 $см^3$).

Для анализа соляную кислоту отбирают безопасной пипеткой или мерным цилиндром в соответствии с плотностью погрешностью не более 1% (по объему).

3.2. Определение внешнего вида

25 $см^3$ препарата помещают в цилиндр (с притертой пробкой) вместимостью 25 $см^3$ и сравнивают в проходящем свете по диаметру цилиндра с таким же объемом дистиллированной воды (ГОСТ 6709- 72), помещенной в такой же цилиндр.

Препарат химически чистый и чистый для анализа должен быть бесцветным, прозрачным и не содержать взвешенных частиц.

Для препарата чистый допускается желтоватая окраска.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.3. Определение массовой доли соляной кислоты

3.3.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Индикатор смешанный, раствор метилового красного и метиле-нового голубого; готовят по ГОСТ 4919.1-77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации с (NaOH)=1 $моль/дм^3$ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1-83.

3.3.2. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 200-250 $см^3$, содержащую 50 $см^3$ воды, помещают от 1,2000 до 1,4000 г препарата, взвешенного с помощью пипетки Лунге, и тщательно перемешивают. Добавляют 0,2 $см^3$ раствора смешанного индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода фиолетово-красной окраски в зеленую.

3.3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot 0{,}03646 \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 $моль/дм^3$, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,03646 - масса хлористого водорода, соответствующая 1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 $моль/дм^3$,

m - масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать 0,2%.

Допускается определять массовую долю соляной кислоты с метиловым оранжевым или метиловым красным.

При разногласиях в оценке массовой доли соляной кислоты анализ проводят со смешанным индикатором.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания (в виде сульфатов) проводят по СТ СЭВ 434-77. При этом 200 г (170 $см^3$) препарата для нормы 0,0005% и 100 г (85 $см^3$) препарата для норм 0,001; 0,002 и 0,005% помещают в платиновую или кварцевую чашку, предварительно прокаленную до постоянной массы и взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, выпаривают на водяной бане порциями до 1-2 $см^3$, затем добавляют 0,1-0,5 $см^3$ серной кислоты (ГОСТ 4204-77). Далее определение проводят по СТ СЭВ 434-77.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.5. Определение массовой доли сульфитов

3.5.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная, не содержащая кислорода; готовят по ГОСТ 4517-87.

Йод по ГОСТ 4159-79, раствор концентрации с $\left(1/2J_2\right)=0{,}01$ моль/дм^3 (0,01 н.), свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 25794.2-83.

Калий йодистый по ГОСТ 4232-74, 10%-ный раствор; готовят по ГОСТ 4517-87.

Кислота соляная по настоящему стандарту.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

3.5.2. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 500 см^3 помещают 400 см^3 воды, прибавляют 1 см^3 раствора йодистого калия, 5 см^3 соляной кислоты и 2 см^3 раствора крахмала.

Раствор перемешивают и прибавляют по каплям раствора йода до появления голубоватой окраски. Половину полученного раствора помещают в другую коническую колбу вместимостью 500 см^3 .

В одну из колб помещают порциями 100 г (85 см^3) анализируемого препарата при перемешивании и охлаждении в ледяной водяной бане, в другую - прибавляют такое же количество воды (раствор сравнения).

Окраску растворов сравнивают в проходящем свете на фоне молочного стекла.

Если анализируемый раствор оказывается бесцветным или окраска его слабее окраски раствора сравнения, то препарат содержит примесь восстановителя. В этом случае раствор сразу же титруют из микробюретки раствором йода до первоначальной голубоватой окраски.

3.5.1, 3.5.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.5.3. Обработка результатов

Массовую долю сульфитов $\left(X_1\right)$ в процентах вычисляют по формуле

$$X_1=\frac{V\cdot 0{,}00040\cdot 100}{100},$$

где V- объем раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм^3 , израсходованный на титрование, см^3 ;

0,00040 - масса сульфитов, соответствующая 1 см^3 раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм^3 , г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать 20% относительно

вычисляемой концентрации.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом 10 г (8,5 $см^3$) препарата помещают в фарфоровую или платиновую чашку, прибавляют 2 $см^3$ 1%-ного раствора углекислого натрия (ГОСТ 83-79), осторожно перемешивают и выпаривают на водяной бане досуха, сухой остаток растворяют в воде и переносят раствор в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ (с меткой на 25 $см^3$), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытый горячей водой. Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

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

для препарата химически чистый - 0,020 мг;

для препарата чистый для анализа - 0,020 (0,050) мг;

для препарата чистый - 0,050 мг (0,100 мг).

Масса сульфатов, указанных в скобках, установлена для норм, действующих до 01.01.95.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов определение проводят фототурбидиметрическим методом; при этом масса навески препарата х. ч. должна быть 30 г (25,5 $см^3$).

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.7. Определение массовой доли свободного хлора с о-толидином (проводят только при отсутствии сульфитов)

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по настоящему стандарту, не содержащая свободный хлор (готовят кипячением в течение 5 мин), концентрированная и 3%-ный раствор.

о-толидин, 0,1%-ный раствор в 3%-ном растворе соляной кислоты, не содержащей хлор.

Раствор, содержащий хлор; готовят по ГОСТ 4212-76. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг хлора в 1 $см^3$.

3.7.2. Построение градуировочного графика

Готовят 5 растворов сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают растворы, содержащие в 50 $см^3$ соответственно 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг Cl.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий свободный хлор.

К каждому раствору прибавляют 1 $см^3$ раствора о-толидина, 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптические плотности растворов сравнения по отношению к контрольному раствору в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм при длине волны 413 нм. Измерение оптической плотности растворов сравнения и анализируемых растворов необходимо проводить в течение 20 мин.

По полученным данным строят градуировочный график.

3.7.3. Проведение анализа

20 г (17 $см^3$) препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, содержащую 50 $см^3$ воды и 1 $см^3$ раствора о-толидина. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика. Измерение должно проводиться не более 20 мин. По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят содержание свободного хлора в анализируемом растворе препарата.

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

для препарата химически чистый - 0,01 мг;

для препарата чистый для анализа - 0,01 мг;

для препарата чистый - 0,02 мг.

При массовой доле в препарате железа менее 0,0001% допускается проводить определение с йодистым калием и экстракцией хлороформом по п. 3.8.

3.7.1-3.7.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.8. Определение массовой доли свободного хлора методом экстракции (проводят только при отсутствии сульфитов)

3.8.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Йод по ГОСТ 4159-79, 0,01 н. раствор, свежеприготовленный.

Калий йодистый по ГОСТ 4232-74, х. ч., 10%-ный раствор.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172-76, х. ч.,

насыщенный раствор.

Хлороформ.

3.8.2. Проведение анализа

70 г (60 $см^3$) препарата помещают в делительную воронку вместимостью 200 $см^3$, прибавляют 20 $см^3$ воды, 2 $см^3$ раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия, 2 $см^3$ раствора йодистого калия, перемешивают и через 5 мин прибавляют 5,5 $см^3$ хлороформа. Раствор энергично взбалтывают в течение 30 с. После расслоения слой хлороформа анализируемого раствора сливают в пробирку вместимостью 10 $см^3$ (с притертой пробкой).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если розовая окраска хлороформного слоя анализируемого раствора не будет интенсивнее розовой окраски хлороформного слоя раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего:

для препарата химически чистый - 0,05 $см^3$ раствора йода;

для препарата чистый для анализа - 0,05 $см^3$ раствора йода;

для препарата чистый - 0,1 $см^3$ раствора йода;

35 г (30 $см^3$) препарата, 10 $см^3$ воды, 1 $см^3$ раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия, 1 $см^3$ раствора йодистого калия и 5 $см^3$ хлороформа.

1 $см^3$ точно 0,01 н., раствора йода соответствует 0,00035 г Cl.

При разногласиях в оценке массовой доли хлора анализ проводят с о-толидином.

3.9. Определение массовой доли аммонийных солей

3.9.1. Реактивы и растворы

Бумага лакмусовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Натрия гидроокись, 20%-ный раствор без NH_4 ; готовят по ГОСТ 4517-87.

Реактив Несслера; готовят по ГОСТ 4517-87.

Раствор, содержащий NH_4 ; готовят по ГОСТ 4212-76.

3.9.2. Проведение анализа

1,6 г (1,3 $см^3$) препарата, содержащего 20 $см^3$ воды, помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ (с меткой на 50 $см^3$), осторожно нейтрализуют по лакмусовой бумажке раствором гидроокиси натрия; доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и переносят раствор в цилиндр с притертой пробкой. К раствору прибавляют 2 $см^3$ реактива Несслера и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора через 5 мин не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 0,005 мг NH_4 ;

для препарата чистый для анализа - 0,005 мг NH_4 ;

для препарата чистый - 0,005 мг NH_4 ;

количество раствора гидроокиси натрия, израсходованного на нейтрализацию анализируемого раствора, и 2 $см^3$ реактива Несслера,

3.10. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555-75 2,2'-дипиридиловым или сульфосалициловым методом.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.10.1. 2,2'-дипиридиловый метод

20 г (17 $см^3$) препарата квалификации химически чистый, 10 г (8,5 $см^3$) препарата чистый для анализа и 2 г (1,7 $см^3$) препарата чистый помещают в платиновую чашку и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток после выпаривания растворяют 0,5 $см^3$ соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и объем раствора доводят водой до 40 $см^3$. Далее определение проводят по ГОСТ 10555-75.

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

для препарата химически чистый - 0,01 мг;

для препарата чистый для анализа - 0,01 мг;

для препарата чистый - 0,006 (0,01) мг.

Масса железа, указанная в скобках, установлена для нормы, действующей до 01.01.95.

3.10.2. Сульфосалициловый метод

10 г (8,5 $см^3$) препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ (с меткой на 50 $см^3$) и при охлаждении осторожно по каплям нейтрализуют 10%-ным раствором аммиака по лакмусовой бумаге, далее определение проводят по ГОСТ 10555-75.

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 (0,050) мг.

Масса железа, указанная в скобках, установлена для нормы, действующей до 01.01.95.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси железа в результат анализа вносят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение проводят 2,2'-дипиридиловым методом.

3.10.1-3.10.2. (Введены дополнительно, Изм. N 1).

3.11. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485-75 методом с применением диэтидцитиокарбамата серебра или методом с применением бромнортутной бумага.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.11.1. Метод с применением диэтилдитиокарбамата серебра

50 г (42,5 $см^3$) препарата помещают в фарфоровую чашку, прибавляют 0,25 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и выпаривают на водяной бане до объема 10 $см^3$. После охлаждения остаток осторожно переносят в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют водой и далее определение проводят с применением диэтидцитиокарбамата серебра.

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

для препарата химически чистый - 0,0025 мг;

для препарата чистый для анализа - 0,0025 (0,0050) мг;

для препарата чистый - 0,005 (0,010) мг.

Масса мышьяка, указанная в скобках, установлена для норм, действующих до 01.01.95.

3.11.2. Метод с применением бромнортутной бумаги

20 г (17 $см^3$) препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, прибавляют 6,5 $см^3$ соляной кислоты, доводят объем раствора водой до 150 $см^3$, перемешивают и проводят определение арсиновым методом в объеме 150 $см^3$ (способ 2), не прибавляя раствор серной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги от раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в 41,5 $см^3$ раствора:

для препарата химически чистый - 0,001 мг As;

для препарата чистый для анализа - 0,001 (0,002) мг As;

для препарата чистый - 0,002 (0,004) мг As,

6,5 $см^3$ соляной кислоты, 0,5 $см^3$ раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

Масса мышьяка, указанная в скобках, установлена для норм, действующих до 01.01.95.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка определение проводят с применением диэтилдитиокарбамата серебра.

3.11.1-3.11.2. (Введены дополнительно, Изм. N 1).

3.12. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319-76. При этом 10 г (8,5 $см^3$) препарата помещают в фарфоровую чашку и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток охлаждают, растворяют в 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты, смывают содержимое чашки 10 $см^3$ воды в колбу вместимостью 50 $см^3$, нейтрализуют 25%-ным раствором аммиака до слабо щелочной реакции, доводят объем раствора водой до 20 $см^3$ и проводят определение тиоацетамидным методом, фотометрически или визуально.

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

для препарата химически чистый - 0,005 (0,01) мг;

для препарата чистый для анализа - 0,01 мг;

для препарата чистый - 0,02 мг.

Масса тяжелых металлов, указанная в скобках, установлена для нормы, действующей до 01.01.95.

Допускается проводить определение сероводородным методом.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят фотометрически, тиоацетамидным методом; при этом масса навески препарата х.ч. и ч.д.а. должна быть 30 г (25,5 $см^3$).

(Измененная редакция, 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: 3-1, 3-2, 3-5, 3-8, 8-1, 8-2, 8-5, 9-1, 10-1.

Группа фасовки; V, VI, VII.

На тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433-88 (класс 8, подкласс 8.1, черт. 8, классификационный шифр 8172) серийный номер ООН 1789.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

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 гарантирует соответствие соляной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - один год со дня изготовления.

Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. N 1).

Раздел 6. (Исключен, Изм. N 1).