

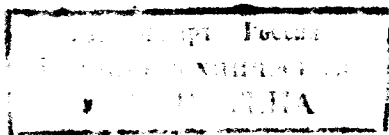


ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ
КИСЛОТА СОЛЯНАЯ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 3118—77
(СТ СЭВ 4276—83)

Издание официальное



БЗ 11—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы
КИСЛОТА СОЛЯНАЯ
Технические условия
Reagents. Hydrochloric acid.
Specifications

ГОСТ
3118—77*
(СТ СЭВ 4276—83)
Взамен
ГОСТ 3118—67

ОКП 26 1234 0010 07

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 декабря 1977 г. № 2994 срок введения установлен

с 01.01.79

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/см³.

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.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (январь 1997 г.) с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1984 г. (ИУС 2—85)

© Издательство стандартов, 1977

© ИПК Издательство стандартов, 1997

С. 2 ГОСТ 3118—77

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), %, 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. № 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/м³. 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. № 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. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 4500 г (3900 см³).

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 см³ препарата помещают в цилиндр (с притертой пробкой) вместимостью 25 см³ 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. № 1).

С. 4 ГОСТ 3118—77

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 метиленового голубого; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(\text{NaOH})=1$ моль/дм³ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

3.3.2. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 200—250 см³, содержащую 50 см³ воды, помещают от 1,2000 до 1,4000 г препарата, взвешенного с помощью пипетки Лунге, и тщательно перемешивают. Добавляют 0,2 см³ 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/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,03646 — масса хлористого водорода, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, г;

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. № 1).

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливании (в виде сульфатов) проводят по СТ СЭВ 434—77. При этом 200 г (170 см³) препарата для нормы 0,0005 % и 100 г (85 см³)

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 см³, затем добавляют 0,1—0,5 см³ серной кислоты (ГОСТ 4204—77). Далее определение проводят по СТ СЭВ 434—77.

(Измененная редакция, Изм. № 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 $c(1/2J_2) = 0,01$ моль/дм³ (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 см³ помещают 400 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора йодистого калия, 5 см³ соляной кислоты и 2 см³ раствора крахмала.

Раствор перемешивают и прибавляют по каплям раствора йода до появления голубоватой окраски. Половину полученного раствора помещают в другую коническую колбу вместимостью 500 см³.

В одну из колб помещают порциями 100 г (85 см³) 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 смесь 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. № 1).

3.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю сульфитов (X_1) 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/дм³, израсходованный на титрование, см³;
0,00040 — масса сульфитов, соответствующая 1 см³ раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм³, 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. № 1).

3.6. *Определение массовой доли сульфатов*

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 10 г (8,5 см³) препарата помещают в фарфоровую или платиновую чашку, прибавляют 2 см³ 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 см³ (с меткой на 25 см³), 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 см³).

(Измененная редакция, Изм. № 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.

o-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 см³.

3.7.2. Построение градуировочного графика

Готовят 5 растворов сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая помещают растворы, содержащие в 50 см³ 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 см³ раствора *o*-толидина, 10 см³ 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 см³) препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 50 см³ воды и 1 см³ раствора *o*-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. № 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 см³) препарата помещают в делительную воронку вместимостью 200 см³, прибавляют 20 см³ воды, 2 см³ раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия, 2 см³ раствора йодистого калия, перемешивают и через 5 мин прибавляют 5,5 см³ хлороформа. Раствор энергично взбалтывают в течение 30 с. После расслоения слой хлороформа анализируемого раствора сливают в пробирку вместимостью 10 см³ (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 см³ раствора йода;

для препарата чистый для анализа — 0,05 см³ раствора йода;

для препарата чистый — 0,1 см³ раствора йода;

35 г (30 см³) препарата, 10 см³ воды, 1 см³ раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия, 1 см³ раствора йодистого калия и 5 см³ хлороформа.

1 см³ точно 0,01 н., раствора йода соответствует 0,00035 г Cl.

При разногласиях в оценке массовой доли хлора анализ проводят с *o*-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 ($1,3 \text{ см}^3$) 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 — $0,005 \text{ мг NH}_4$;

для препарата чистый для анализа — $0,005 \text{ мг NH}_4$;

для препарата чистый — $0,005 \text{ мг NH}_4$;

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. № 1).

3.10.1. 2,2'-дипиридиловый метод

20 г (17 см^3) препарата квалификации химически чистый, 10 г ($8,5 \text{ см}^3$) препарата чистый для анализа и 2 г ($1,7 \text{ см}^3$) препарата чистый помещают в платиновую чашку и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток после выпаривания растворяют $0,5 \text{ см}^3$ 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 — $0,01 \text{ мг}$;

для препарата чистый для анализа — $0,01 \text{ мг}$;

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 см³) препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³) 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. № 1).**

3.11. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485—75 методом с применением диэтилдитиокарбамата серебра или методом с применением бромнортутной бумаги.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.11.1. *Метод с применением диэтилдитиокарбамата серебра*

50 г (42,5 см³) препарата помещают в форфоровую чашку, прибавляют 0,25 см³ концентрированной азотной кислоты и выпаривают на водяной бане до объема 10 см³. После охлаждения остаток осторожно переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой и далее определение проводят с применением диэтилдитиокарбамата 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 см³) препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, прибавляют 6,5 см³ соляной кислоты, доводят объем раствора водой до 150 см³, перемешивают и проводят определение арсиновым методом в объеме 150 см³ (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 см³ 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 см³ соляной кислоты, 0,5 см³ 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. № 1).

3.12. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 10 г (8,5 см³) препарата помещают в фарфоровую чашку и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток охлаждают, растворяют в 0,5 см³ раствора соляной кислоты, смывают содержимое чашки 10 см³ воды в колбу вместимостью 50 см³, нейтрализуют 25 %-ным раствором аммиака до слабо щелочной реакции, доводят объем раствора водой до 20 см³ и проводят определение тиацетамидным 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, тиаоацетамидным методом; при этом масса навески препарата х.ч. и ч.д.а. должна быть 30 г (25,5 см³).

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

Раздел 6. (Исключен, Изм. № 1).

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 11.03.97. Подписано в печать 02.04.97.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 365 экз. С371. Зак. 260.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.