

10873-73



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**АММОНИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ
(СУЛЬФАТ АММОНИЯ) ОЧИЩЕННЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 10873—73

Издание официальное



10 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**АММОНИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ
[СУЛЬФАТ АММОНИЯ] ОЧИЩЕННЫЙ****Технические условия****ГОСТ**Retined ammonium sulfate.
Specifications**10873—73****ОКП 21 4116 0100****Срок действия****с 01.01.75****до 01.01.95****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на очищенный сернокислый аммоний, получаемый из синтетического аммиака и серной кислоты.

Сульфат аммония предназначается для пищевой, медицинской, химической и других отраслей промышленности.

Формула: $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 132,139.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Сульфат аммония должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. По физико-химическим показателям сульфат аммония должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

| Наименование показателя | Норма |
|--|--|
| 1. Внешний вид | Белые или слабо-желтые кристаллы |
| 2. Массовая доля основного вещества в сухом продукте, %, не менее: | |
| в пересчете на сульфат аммония | 99 |
| в пересчете на азот | 21 |
| 3. Массовая доля воды, %, не более | 0,8 |
| 4. Массовая доля свободной серной кислоты, %, не более | 0,15 |
| 5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более | 0,002 |
| 6. Массовая доля железа, %, не более | 0,007 |
| 7. Массовая доля мышьяка, %, не более | 0,00005 |
| 8. (Исключен). | |
| 9. Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %, не более | 0,01 |
| 10. Массовая доля нитратов и нитритов в пересчете на NO ₃ , %, не более | 0,001 |
| 11. Содержание веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий, см ³ раствора с (1/5 KMnO ₄) = 0,002 моль/дм ³ (0,01 л. раствор), не более | 7 |
| 12. Массовая доля роданидов (CNS), %, не более | 0,005 |
| 13. Массовая доля тяжелых металлов сероводородной группы (Pb), %, не более | 0,0005 |
| 14. (Исключен). | |
| 15. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более | 0,05 |

Примечания:

1. По согласованию с потребителем сернокислый аммоний может изготавливаться с массовой долей железа не более 0,015%.
2. По требованию потребителя сернокислый аммоний должен изготавливаться с массовой долей марганца не более 0,00005%, фосфатов (PO₄) не более 0,02%.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ**

2.1. Сульфат аммония должен поставляться партиями. Партией считают количество продукта, не более 60 т, однородное по своим качественным показателям и сопровождаемое одним документом о качестве.

Документ должен содержать:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукта;
- номер партии;
- число мест в партии;
- массу нетто;
- дату изготовления;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта; обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Для проверки качества сульфата аммония отбирают четыре мешка от партии или 5% партии контейнеров, но не менее 2 контейнеров.

Допускается у изготовителя отбирать пробы из потока вручную перед упаковыванием продукта в мешки или контейнеры через каждые 2 ч. Масса точечной пробы при этом должна быть не менее 100 г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ проб, отобранных от удвоенного количества мешков или контейнеров той же партии. Результаты повторного анализа распространяют на всю партию.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Из каждого мешка отбирают по две точечные пробы — каждая массой не менее 100 г.

Пробу отбирают щупом, погружая его не менее чем на $\frac{3}{4}$ глубины мешка.

Точечные пробы из контейнеров отбирают щелевидным пробоотборником или аналогичным устройством, частично вскрыв горловину контейнера на ширину, достаточную для введения пробоотборника. Из каждого контейнера отбирают по 2 точечные пробы, каждая массой не менее 200 г.

Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают, сокращают и среднюю пробу массой около 750 г помещают в сухую чистую герметически закрываемую стеклянную банку. На банку наклеивают этикетку с обозначением: наименование предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Внешний вид определяют визуально.

3.3. Определение массовой доли основного вещества в сухом продукте

3.3.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

формалин технический по ГОСТ 1625—75, раствор с массовой долей 25%;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы с $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ и $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,5 и 0,1 н. растворы);

метиловый красный (индикатор), водный раствор с массовой долей 0,2%;

фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

колба 1(2)—500—2 по ГОСТ 1770—74;

пипетка 2—2—25 по ГОСТ 20292—74;

бюretteка 1(3)—2—50 по ГОСТ 20292—74;

цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

3.3.2. Проведение анализа

20 г сульфата аммония (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в воде, перемешивают и доводят объем раствора водой до метки (раствор сохраняют для определения свободной серной кислоты и хлоридов). Из полученного раствора отбирают пипеткой 25 см³ в колбу вместимостью 250 см³, нейтрализуют раствором с (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н. раствором) с индикатором метиловым красным, прибавляют 25 см³ раствора формалина, нейтрализованного непосредственно перед применением раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина. Выделившуюся свободную серную кислоту титруют раствором с (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н. раствором) в присутствии фенолфталеина до появления устойчивой в течение 1—1,5 мин розовой окраски.

3.3.3. Обработка результатов

Массовую долю сульфата аммония в пересчете на сухое вещество (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,03303 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25(100 - X_1)} ,$$

где V — объем раствора точно с (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н. раствора), израсходованный на титрование сульфата аммония, см³;

0,03303 — масса сульфата аммония, соответствующая 1 см³ раствора точно с (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н. раствора), г;

m — масса навески сульфата аммония, г;

X_1 — массовая доля воды в пробе, определенная по п. 3.4, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,8 абс. % при доверительной вероятности $P=0,95$.

Для пересчета на азот массовую долю сульфата аммония умножают на 0,212.

3.3.1—3.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.4. Определение массовой доли воды

3.4.1а. Аппаратура:

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-2-210 по ГОСТ 7328—82;

шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 100—160°C.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.4.1. Проведение анализа

Около 5 г сульфата аммония взвешивают в стеклянной блюске диаметром 50—60 мм (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и сушат в сушильном шкафу при 100—110°C до постоянной массы. Блюксу с высушенной пробой охлаждают в эксикаторе и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Допускается массовую долю воды определять экспресс-методом. При этом 2—3 г сульфата аммония взвешивают в стеклянной блюске диаметром 50—60 мм (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и сушат в сушильном шкафу при 150—160°C в течение 10 мин. Блюксу охлаждают в эксикаторе и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4.2. Обработка результатов

Массовую долю воды (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески сульфата аммония, г;

m_1 — масса сульфата аммония после сушки, г.

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

При разногласиях в оценке массовой доли воды анализ проводят высушиванием при 100—110°C.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.5. Определение массовой доли свободной серной кислоты

3.5.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н. раствор);

метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

пипетка 2(3)—2—100 по ГОСТ 20292—74;

бюretteка 1(2)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.5.2. Проведение анализа

Из раствора сульфата аммония, приготовленного по п. 3.3.2, отбирают пипеткой 100 см³, помещают в колбу для титрования вместимостью 250 см³ и титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии метилового оранжевого.

3.5.3. Обработка результатов

Массовую долю свободной серной кислоты (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,0049 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 100},$$

где V — объем раствора точно с (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н. раствор), израсходованный на титрование сульфата аммония, см³;

0,0049 — масса серной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора точно с (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н. раствор), г;

m — масса навески сульфата аммония, взятая по п. 3.3.2, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02 абс. % при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.6. Определение массовой доли хлоридов**3.6.1. Реактивы, растворы и аппаратура:**

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 10;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а., раствор

c (AgNO₃) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н. раствор);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

раствор, содержащий хлор-ион; готовят по ГОСТ 4212—76;

1 см³ раствора содержит 1 мг хлор-иона (раствор A);

1 см³ раствора A помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор B);

1 см³ раствора B содержит 0,04 мг хлор-иона;

цилиндры 1(3)—100, 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74;

колба 1(2)—25—2 по ГОСТ 1770—74;

пипетки 1(2, 4, 5)—2—2, 6(7)—2—5; 2(3)—2—100 по ГОСТ 20292—74;

фильтр бумажный.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.6.2. Проведение анализа

Из раствора сульфата аммония, приготовленного по п. 3.3.2, отбирают 200 см³ и фильтруют через фильтр, предварительно тщательно промытый горячей дистиллированной водой. Первые порции фильтрата отбрасывают, после чего 100 см³ фильтрата помещают в стакан вместимостью 150 см³. Прибавляют 2 см³ раствора азотной кислоты и 2 см³ раствора азотнокислого серебра.

В другой стакан с таким же внутренним диаметром, как и первый, вместимостью 150 см³ вносят 2 см³ раствора *B*, содержащего хлор-ион, 2 см³ раствора азотнокислого серебра, 2 см³ раствора азотной кислоты и 100 см³ воды. Получают образцовый раствор.

Продукт считают соответствующим требованиям стандарта, если наблюдаемая через 20 мин опалесценция анализируемого раствора будет не интенсивнее опалесценции образцового раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7. Определение массовой доли железа

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2, позволяющий измерять поглощение в области 400 нм, или прибор другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, х. ч., раствор с массовой долей 25 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1;

кислота сульфосалициловая 2-водиная по ГОСТ 4478—78, ч., раствор с массовой долей 10 %;

раствор, содержащий ион железа (Fe^{3+}), готовят по ГОСТ 4212—76; 1 см³ раствора содержит 1 мг железа (раствор *A*);

1 см³ раствора *A* помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор *B*);

1 см³ раствора *B* содержит 0,01 мг железа;

куветы для фотоэлектроколориметра с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм;

колбы 1(2)—50—2, 1(2)—250—2 по ГОСТ 1770—74;

бюretка 1(2, 3)—2—5, 6(7)—2—10, 4(5)—2—2 по ГОСТ 20292—74;

пипетки 1(2)—2—1, 1(2)—2—2, 2—2—5, 6(7)—2—5, 2—2—10, 6(7)—2—10, 4(5)—2—2 по ГОСТ 20292—74;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г; набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7.2. Построение градуировочного графика

Готовят образцовые растворы:

в шесть мерных колб вместимостью 50 см³ каждая вносят 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ раствора *Б*.

В каждую колбу добавляют по 2,5 см³ воды, по 1 см³ раствора соляной кислоты, по 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают и прибавляют по 5 см³ водного раствора аммиака.

Объемы растворов доводят до метки водой и снова перемешивают.

Полученные образцовые растворы содержат соответственно 0,000; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025 мг железа.

По истечении 10 мин измеряют оптические плотности образцовых растворов по отношению к контрольному раствору, в качестве которого используют раствор, содержащий 0,000 мг железа.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в образцовых растворах массы железа в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Градуировочный график должен иметь вид прямой линии, проходящей через начало координат.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7.3. Проведение анализа

5 г сульфата аммония (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 10 см³ полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты, 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают и прибавляют 5 см³ водного раствора аммиака. Объем раствора доводят до метки водой и снова перемешивают.

По истечении 10 мин измеряют величину оптической плотности полученного раствора по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика (см. п. 3.7.2).

Из величины оптической плотности анализируемого раствора вычитают поправку на массовую долю железа в применяемых реагентах. По градуировочному графику находят массу железа в анализируемом растворе.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7.4. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 10},$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески сульфата аммония, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,001% для нормы 0,007% и 0,003% для нормы 0,015% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Примечание. При отсутствии фотоколориметра сопоставление окрасок анализируемого и образцового раствора в тех же условиях допускается проводить визуально колориметрическим методом на фоне молочного стекла.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ производят фотоколориметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.8. Определение массовой доли мышьяка

3.8.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67, раствор с массовой долей 5%;

олово (II) хлорид 2-водное, раствор с массовой долей 10%; кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.;

цинк металлический гранулированный;

цинк металлический гранулированный, ч. д. а.;

ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973—77, 1-й сорт;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., раствор с массовой долей 10%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

раствор, содержащий мышьяк (As^{3+}); готовят по ГОСТ 4212—76, 1 см³ раствора содержит 1 мг мышьяка (раствор A);

1 см³ раствора A помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор B);

1 см³ раствора B содержит 0,001 мг мышьяка (готовят перед применением);

бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76;

бумажка, пропитанная раствором уксуснокислого свинца, готовят по ГОСТ 4517—87;

бумажка, бромиортутная или хлорно-ртутная, готовят по ГОСТ 4517—87;

вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556—81.

Гигроскопическую вату, пропитанную раствором уксуснокислого свинца, отжимают между листами фильтровальной бумаги, сушат почти досуха и хранят в банке с притертой пробкой;

пипетки 1(2)—2—1, 4(5)—2—2 по ГОСТ 20292—74;

колба 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770—74;

цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

(Измененная редакция, Изд. № 2, 3).

3.8.2. Проведение анализа

Для определения мышьяка пользуются прибором, изображенным на чертеже и состоящим из банки 3 вместимостью 30—40 см³, из двух трубок 1 и 2, соединенных между собой с помощью резиновых пробок.

В трубку 2 длиной 70 мм и внутренним диаметром около 10 мм помещают вату и несколько полосок фильтровальной бумаги, пропитанных раствором уксуснокислого свинца.

В трубку 1 длиной около 50—60 мм и внутренним диаметром около 2—3 мм помещают полоску бумаги, пропитанную раствором хлорной или бромной ртути.

В стеклянную банку 3 наливают 10—15 см³ воды, 2—3 капли раствора двуххлористого олова, 1,5 см³ серной кислоты, помещают 6 г металлического цинка и 4 г сульфата аммония (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака).

В другую банку такого же прибора наливают те же количества воды, двуххлористого олова, серной кислоты, металлического цинка и 2 см³ раствора *Б* — образцовый раствор.

Банки быстро присоединяют к верхней части прибора.

Сульфат аммония считают соответствующим требованиям стандарта, если через 1—1,5 ч окраска хлор- или бромнортутной бумаги, помещенной в прибор с анализируемым раствором, будет не интенсивнее окраски такой же бумаги, находящейся в приборе с образцовым раствором.

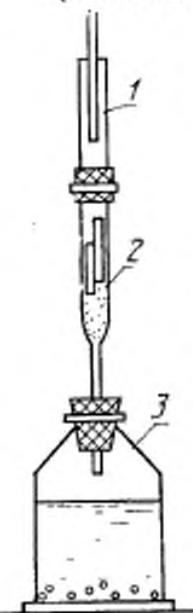
(Измененная редакция, Изд. № 1, 3).

3.9. Определение массовой доли марганца

3.9.1. Реактивы, растворы, аппаратура:

серная кислота по ГОСТ 4204—77, х. ч.;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а.; раствор с $(AgNO_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н. раствор);



аммоний надсерниокислый (персульфат);

кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, ч. д. а.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

раствор, содержащий марганец (Mn^{7+}); готовят следующим образом: 2,877 г (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака) марганцовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в дистиллированной воде, перегнанной в присутствии марганцовокислого калия, затем доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают (раствор A), 1 см³ раствора A содержит 1 мг марганца;

1 см³ раствора A помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор B);

1 см³ раствора B содержит 0,01 мг марганца (готовят перед применением);

колбы 1(2)—1000—2, 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770—74;

пипетки 1(2)—2—1, 1(2)—2—2, 4(5)—2—2, 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74;

цилиндр 1(3)—10 по ГОСТ 1770—74;

пробирка П-2—20—14/23 ХС по ГОСТ 1770—74;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.9.2. Проведение анализа

50 г сульфата аммония (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в фарфоровую чашку и осторожно нагревают на электроплитке или песчаной бане до расплавления навески, не допуская бурного ее разложения. Расплавленную плавеску выпаривают до сухого остатка, который прокаливают в муфельной печи (под тягой) при вишнево-красном калении в течение нескольких минут. Затем чашку охлаждают и содержимое ее смачивают 2 см³ серной кислоты, выпаривают и снова прокаливают.

По охлаждении в чашку приливают 10 см³ воды и 1,5 см³ серной кислоты. Жидкость нагревают до кипения и фильтруют через бумажный фильтр, обмывая чашку и фильтр небольшим количеством теплой воды, подкисленной серной кислотой. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан и упаривают до 10—15 см³. По охлаждении содержимое стакана переносят в пробирку для колориметрирования с меткой на 20 см³, обмывая стенки стакана таким количеством воды, чтобы общий объем не превышал 20 см³. Сюда же прибавляют 1 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ раствора азотнокислого серебра и 0,5—1 г персульфата аммония,

взвешивают и помещают пробирку на 10 мин в кипящую водяную баню. (При массовых анализах все пробирки погружают в баню одновременно).

Продукт считают соответствующим требованиям стандарта, если интенсивность окраски пробы будет не более интенсивности окраски образцового раствора, содержащего в том же объеме воды 2,5 см³ раствора *Б*.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.10. Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка

3.10.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор с массовой долей 20%;

барий хлористый по ГОСТ 4108—72, ч., раствор с массовой долей 10%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74;

тигель фильтрующий ТФ ПОР 16-90 или ТФ ПОР 10-90 по ГОСТ 25336—82;

фильтр обеззоленный (синяя лента);

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82;

шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 100—105°C.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.10.2. Проведение анализа

50 г сульфата аммония (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) растворяют в стакане со 100—150 см³ холодной воды и фильтруют через взвешенный фильтрующий тигель или через обеззоленный фильтр.

Остаток на фильтре промывают сначала два раза водой, затем 3—4 раза раствором уксуснокислого аммония и, наконец, 4—5 раз горячей водой до отрицательной реакции промывной воды на ион SO₄²⁻ (проба с раствором хлористого бария).

Фильтр с нерастворимым остатком сушат в сушильном шкафу при 100—105°C до постоянной массы и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

3.10.3. Обработка результатов

Массовую долю нерастворимого в воде остатка (*X₄*) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где *m* — масса навески сульфата аммония, г;

m₁ — масса просушенного остатка, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,009 абс. % при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.10.2; 3.10.3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

3.11. Определение массовой доли нитратов и нитритов в пересчете на NO_3

3.11.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, ч. д. а., раствор с массовой долей 0,25%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

индиго, раствор 1:5000; готовят следующим образом: 5 г индикатора (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) растворяют в 20 см³ серной кислоты при нагревании на водяной бане. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, содержащую 150 см³ воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают — раствор 1 (1:40);

4 см³ раствора 1 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора водой до метки — раствор 2 (1:1000);

20 см³ раствора 2 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора водой до метки — раствор 3 (1:5000).

Раствор 1 допускается хранить в течение года, раствор 2 — в течение 6 месяцев, раствор 3 должен быть свежеприготовленным; раствор, содержащий нитраты (NO_3); готовят по ГОСТ 4212—76, 1 см³ раствора содержит 1 мг нитратов (раствор A);

1 см³ раствора A помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой и перемешивают (раствор B);

1 см³ раствора B содержит 0,01 мг нитратов;

колбы 1(2)—200—2, 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770—74;

цилиндры 1(3)—25, 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74;

пипетки 6(7)—2—5, 2—2—20, 1(2)—2—1, 1(2)—2—2, 2—2—10 по ГОСТ 20292—74;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.11.2. Проведение анализа

1 г сульфата аммония (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 2 см³ ра-

створа хлористого натрия, 1 см³ раствора индиго, 10 см³ серной кислоты и перемешивают до растворения продукта.

По истечении 10 мин прибавляют 25 см³ воды и снова перемешивают.

Продукт считают соответствующим требованиям стандарта, если наблюдаемая окраска будет равной или интенсивнее окраски образцового раствора, приготовленного таким же образом и содержащего в том же объеме 1 см³ раствора *B*, 2 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индиго и 10 см³ серной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.12. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий

3.12.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, ч. д. а., раствор с (1/5 KMnO₄) = 0,002 моль/дм³ (0,01 н. раствор);

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., раствор с массовой долей 20 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

пипетка 2—2—5; 6(7)—2—5, 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74;

цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74;

бюretteка 1(3)—2—50 по ГОСТ 20292—74;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-3—1110 по ГОСТ 7328—82.

3.12.2. Проведение анализа

100 г сульфата аммония (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в колбу для титрования, растворяют в 150 см³ воды и прибавляют 5 см³ раствора серной кислоты.

Раствор подогревают до 60—70°C и титруют раствором марганцовокислого калия до появления слабой окраски, не исчезающей в течение 5 мин.

Одновременно проводят контрольный опыт. В 150 см³ воды добавляют 5 см³ раствора серной кислоты, нагревают до 60—70°C и титруют раствором марганцовокислого калия до появления слабой окраски, не исчезающей в течение 5 мин.

Количество марганцовокислого калия, израсходованное на титрование контрольной пробы, вычитают из количества марганцовокислого калия, израсходованного на титрование анализируемой пробы.

Продукт считают соответствующим требованиям стандарта, если на титрование пробы сульфата аммония будет израсходовано не более 7 см³ раствора марганцовокислого калия.

3.12.1, 3.12.2. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.1.3. Определение массовой доли роданидов

3.13.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

квасцы железоаммонийные, раствор, насыщенный на холоде; кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., раствор плотностью 1,11 г/см³;

натрий сернокислый кристаллический по ГОСТ 4171—76; вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

раствор, содержащий роданиды (CNS), готовят по ГОСТ 4212—76, 1 см³ раствора содержит 1 мг роданидов (раствор A); 10 см³ раствора A помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор B);

1 см³ раствора B содержит 0,1 мг роданидов;

пипетка 2—2—10, 1—2—0,5, 6(7)—2—5, 4(5)—2—2 по ГОСТ 20292—74;

колба 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770—74;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.13.2. Проведение анализа

Около 5 г сульфата аммония (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) растворяют в 25 см³ воды в пробирке или цилиндре. После растворения прибавляют 10 см³ воды, 0,5 см³ раствора железоаммонийных квасцов и 0,5 см³ раствора серной кислоты.

Продукт считают соответствующим требованиям стандарта, если наблюдаемая по оси пробирки на фоне молочного стекла окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски образцового раствора, содержащего в том же объеме 2,5 см³ раствора B, 6 г сернокислого натрия, 0,5 см³ раствора серной кислоты и 0,5 см³ раствора железоаммонийных квасцов.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.14. Определение массовой доли тяжелых металлов сероводородной группы

3.14.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор с массовой долей 10%;

калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, раствор с массовой долей 20%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

тиоацетамид, раствор с массовой долей 2%, профильтрованный через беззольный фильтр,годен к применению в течение трех суток;

раствор, содержащий свинец (Pb); готовят по ГОСТ 4212—76, 1 см³ раствора содержит 1 мг свинца (раствор A); 1 см³ раствора

ра *A* помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (рассмотр *B*); 1 см³ раствора *B* содержит 0,01 мг свинца;

пипетки 1(2)—2—1, 4(5)—2—2, 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74;

колба 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770—74;

цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.14.2. Проведение анализа

5 г сульфата аммония (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ из бесцветного стекла и растворяют в 20 см³ воды. К раствору добавляют при перемешивании 1 см³ раствора калий-натрия виннокислого, 1 см³ раствора гидроокиси калия и 1,5 см³ раствора тиоацетамида.

Продукт считают соответствующим требованиям стандарта, если наблюдаемая через 10 мин на фоне молочного стекла окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски образцового раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в том же объеме 2,5 см³ раствора *B*, 1 см³ раствора гидроокиси калия, 1 см³ раствора калий-натрия виннокислого и 1,5 см³ раствора тиоацетамида.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.15. Определение массовой доли фосфатов

3.15.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., раствор с (HNO₃) = 5 моль/дм³ (5 н. раствор);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор с массовой долей 10%; если образуется муть, то раствор фильтруют, раствор годен в течение 3—4 сут.;

аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75, раствор готовят следующим образом: 2,4 г препарата (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) растворяют в 100—200 см³ воды при нагревании и перемешивании. Затем прибавляют при перемешивании 20 см³ раствора азотной кислоты. После охлаждения раствор разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают;

раствор, содержащий фосфаты (PO₄); готовят по ГОСТ 4212—76, 1 см³ раствора содержит 1 мг фосфатов (рассмотр *A*);

1 см³ раствора *A* помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (рассмотр *B*);

1 см³ раствора *B* содержит 0,01 мг фосфатов (PO₄); цилиндры 1(3)—25, 1(3)—250, 1(3)—5, 1(3)—10 по ГОСТ 1770—74;

липетки 1(2)—2—1, 2—2—10, 2—2—5, 4(5)—2—2, 6(7)—2—5, 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74;

колба 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770—74;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.15.2. Проведение анализа

4 г сульфата аммония (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в воде. Объем раствора доводят до метки водой и перемешивают. 10 см³ приготовленного раствора переводят в коническую колбу вместимостью 50 см³, приливают 5 см³ воды, 5 см³ раствора азотной кислоты, 2,5 см³ раствора мета-ванадиевокислого аммония, 2,5 см³ раствора молибденовокислого аммония и перемешивают.

Сульфат аммония считают соответствующим требованиям стандарта, если окраска анализируемого раствора, наблюдавшаяся через 10 мин на фоне молочного стекла, будет не интенсивнее окраски образцового раствора, содержащего в том же объеме 8 см³ раствора *B*, 5 см³ раствора азотной кислоты, 2,5 см³ раствора мета-ванадиевокислого аммония и 2,5 см³ раствора молибденовокислого аммония.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.16. Определение массовой доли остатка после прокаливания

3.16.1. Аппаратура:

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328—82;

печь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 600°C.

3.16.2. Проведение анализа

10 г растертого сульфата аммония взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) в платиновом или фарфоровом, или кварцевом тигле, или в кварцевой чашке вместимостью около 80 см³, предварительно доведенной до постоянной массы (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) при температуре около 600°C. Тигель с известью слабо нагревают, затем остаток осторожно прокаливают до постоянной массы при температуре около 600°C.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса прокаленного остатка не будет превышать 0,005 г.

3.16; 3.16.1; 3.16.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

3.17. Результаты анализа округляют до того количества значащих цифр, которому соответствует норма на данный показатель.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.18. Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реагентов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Сульфат аммония упаковывают в пяти-, шестислойные открытые бумажные мешки марок БМ, ВМ, ВМБ (с непропитанными внутренними слоями), ПМ, БМП, ВМП (с ламинированным внутренним слоем) по ГОСТ 2226—88 или полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78, а также в специальные мягкие контейнеры.

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

4.2. Масса нетто 40 кг. Допускаемые отклонения от номинальной величины $\pm 0,5$ кг.

4.3. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционного знака «Боится сырости», а также следующих данных, характеризующих продукцию:

- а) наименования продукта;
- б) номера партии;
- в) даты выработки;
- г) (Исключен, Изм. № 3).
- д) обозначения настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.4. Сульфат аммония транспортируют любым видом транспорта с защитой от атмосферных осадков. По железной дороге его транспортируют в крытых железнодорожных вагонах (при повагонной отправке) и универсальных контейнерах (при отгрузке малыми партиями), речным флотом — в универсальных контейнерах.

Перед отгрузкой сульфата аммония пол и стены подвижного состава и контейнера должны быть очищены и промыты от остатков предыдущих грузов.

Сульфат аммония, упакованный в мешки, должен по требованию потребителей транспортироваться пакетами по ГОСТ 21929—76.

Сульфат аммония, упакованный в специальные мягкие контейнеры, транспортируют на открытом подвижном составе.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.5. (Исключен, Изм. № 2).

4.6. Сульфат аммония должен храниться в закрытых складских помещениях в упаковке изготовителя.

Допускается хранение продукта, упакованного в специальные мягкие контейнеры, на открытых складских площадках.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие сульфата аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.2. Гарантийный срок хранения продукта — 6 мес со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Сульфат аммония не токсичен, пожаро- и взрывобезопасен.

6.2. При нагревании выше 100°C сульфат аммония разлагается, превращаясь в кислую соль. При 513°C полностью разлагается на воду и вредные продукты — аммиак, серную кислоту, серный газ.

6.3. Работа с сульфатом аммония в обычных условиях не опасна.

6.4. Для защиты от пыли сульфата аммония можно применять любые противопылевые респираторы и ватно-марлевые повязки, а также брезентовые рукавицы.

6.5. Все производственные помещения должны быть оборудованы общеобменной принудительной вентиляцией, места наибольшего пыления — местными отсосами.

6.4, 6.5. (Введены дополнительно, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. И. Дергунов, З. Ф. Тимошенко, В. А. Проворова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29.03.73 № 747

3. ВЗАМЕН ГОСТ 10873—64

4. Стандарт полностью соответствует международным стандартам ИСО 2993—74, ИСО 2994—74

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|--|
| ГОСТ 1027—67 | 3.8.1 |
| ГОСТ 1277—75 | 3.6.1, 3.9.1 |
| ГОСТ 1625—75 | 3.3.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 3.3.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1 3.10.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.14.1, 3.15.1 |
| ГОСТ 1973—77 | 3.8.1 |
| ГОСТ 2226—88 | 4.1 |
| ГОСТ 3117—78 | 3.10.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 3.7.1 |
| ГОСТ 3760—79 | 3.7.1 |
| ГОСТ 3765—78 | 3.15.1 |
| ГОСТ 4108—72 | 3.10.1 |
| ГОСТ 4171—76 | 3.13.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 3.8.1, 3.9.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1 |
| ГОСТ 4212—76 | 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.11.1, 3.13.1, 3.14.1, 3.15.1 |
| ГОСТ 4233—77 | 3.11.1 |
| ГОСТ 4328—77 | 3.3.1, 3.5.1, 3.8.1 |
| ГОСТ 4461—77 | 3.6.1, 3.15.1 |
| ГОСТ 4478—78 | 3.7.1 |
| ГОСТ 4517—87 | 3.8.1 |
| ГОСТ 5556—81 | 3.8.1 |
| ГОСТ 5845—79 | 3.14.1 |
| ГОСТ 6552—80 | 3.9.1 3.3.1, 3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, |

| Обозначение НТД, на которых дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|--|
| ГОСТ 6709—72 | 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.14.1, 3.15.1 |
| ГОСТ 7328—82 | 3.3.1, 3.4.1а, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.14.1, 3.15.1, 3.16.1 |
| ГОСТ 9336—75 | 3.15.1 |
| ГОСТ 12026—76 | 3.8.1 |
| ГОСТ 14192—77 | 4.3 |
| ГОСТ 17811—78 | 4.1 |
| ГОСТ 20292—74 | 3.3.1, 3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.14.1, 3.15.1 |
| ГОСТ 20490—75 | 3.9.1, 3.12.1 |
| ГОСТ 21929—76 | 4.4 |
| ГОСТ 24363—80 | 3.14.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 3.10.1 |

6. Срок действия продлен до 01.01.95 Постановлением Госстандарта СССР от 29.06.89 № 2273

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ [июнь 1989 г.] с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1978 г., октябре 1983 г., июне 1989 г. [ИУС 2—79, 1—84, 11—89]

22c

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *Г. И. Чуйко*

Сдано в наб. 15.00.89 Подп. в печ. 27.10.89 1,5 усл. п. л. 1,5 усл. кр.-отт. 1,42 уч.-изд. л.
Тир. 4000 Цена 10 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даркус и Гирено, 39. Зак. 1847.