



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

АММОНИЙ РОДАНИСТЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

**ГОСТ 27067-86
(СТ СЭВ 222-85)**

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

**РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности
ИСПОЛНИТЕЛИ**

Г. В. Грязнов, Т. Г. Манова, Н. П. Никонова, Л. С. Сиушева

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Зам. министра С. В. Голубков

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам 29 октября 1986 г.
№ 3318**

РЕАКТИВЫ
АММОНИЙ РОДАНИСТЫЙ

Технические условия

Reagents. Ammonium thiocyanate.
SpecificationsГОСТ
27067—86
(СТ СЭВ 222—85)

ОКП 26 2116 0500 06

Постановлением Государственного комитета ССР по стандартам от 29 октября 1986 г. № 3318 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.96**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на роданистый аммоний, который представляет собой бесцветные кристаллы, растворимые в воде и расплывающиеся во влажном воздухе.

Формула NH_4SCN .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 76, 12.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей и первой категорий качества.

Стандарт содержит все требования СТ СЭВ 222—85.

В стандарт дополнительно включены требования по содержанию роданистого аммония для продукта квалификации «чистый» (см. приложение о соответствии требований стандарта требованиям стандарта СЭВ).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По химическим показателям роданистый аммоний должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый	Чистый для анализа	Чистый
	Первая категория качества ОКП 26 2116 0503 03	Первая категория качества ОКП 26 2116 0502 04	Высшая категория качества ОКП 26 2116 0501 05
1. Массовая доля роданистого аммония (NH_4SCN), %, не менее	99	98	98
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,01	0,02
3. Массовая доля остатка после прокаливания (в виде сульфатов), %, не более	0,01	0,02	0,05
4. Массовая доля веществ, окисляемых йодом (в пересчёте на серу низшей валентности), %, не более	0,002	0,005	0,01
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,0025	0,005	0,02
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,005	0,02
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0001 (0,0003)*	0,0005 (0,0008)*
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0005	0,001

* Норма, указанная в скобках, допускается до 01.01.95

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Предельно допустимая концентрация пыли роданистого аммония в воздухе рабочей зоны — 50 мг/м³. Продукт относится к веществам четвертого класса опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007—76.

2.2. Аммоний роданистый горюч. Температура разложения 170 °С. Температура самовоспламенения (240±5) °С. Пылевоздушные смеси взрывобезопасны.

2.3. Аммоний роданистый бурно реагирует с окисляющими веществами, а также сильными кислотами, выделяя раздражающие и удушливые газы.

2.4. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Общие указания по проведению испытаний — по ГОСТ 27025—86.

4.2. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 400 г.

4.3. Определение массовой доли роданистого аммония

4.3.1. Аргентометрический метод

4.3.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Аммоний роданистый, раствор концентрации c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Квасцы железоаммонийные (аммоний-железо (III) сернокислый) по ГОСТ 4205—77, насыщенный раствор, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, 25%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации c (AgNO_3) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.3—83.

Цилиндр 1 (3) — 50 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Бюretка 1 (2) — 2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 6—2—10 (5) по ГОСТ 20292—74.

Стаканчик СВ-14/18 по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные равноплечие 2-го класса модели ВЛР-200 или любого аналогичного типа с ценой деления 0,0001 г.

4.3.1.2. Проведение анализа

0,3000 г препарата растворяют в 25 см³ воды, прибавляют при перемешивании 50 см³ раствора азотнокислого серебра, 10 см³ раствора азотной кислоты, 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов и титруют раствором роданистого аммония до появления красной окраски.

4.3.1.3. Обработка результатов

Массовую долю роданистого аммония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(50-V) \cdot 0,007612 \cdot 100}{m},$$

где 50 — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно c (AgNO_3) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);

V — объем раствора роданистого аммония концентрации точно c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески анализируемого препарата, г;

0,007612 — количество роданистого аммония соответствующее 1,00 см³ раствора азотнокислого серебра концентрации точно с $(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.), г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %. Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата анализа $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.3.2. Меркуриометрический метод

4.3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Квасцы железоаммонийные (аммоний-железо (III) сернокислый) по ГОСТ 4205—77, насыщенный раствор готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, 25 %-ный раствор.

Ртуть (II) азотнокислая по ГОСТ 4520—78, раствор концентрации точно с $[1/2 \text{ Hg} (\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.3—83.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Бюretка 1 (2)—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 6—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1 (3)—100 по ГОСТ 1770—74.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные равноплечие 2-го класса модели ВЛР-200 или любого аналогичного типа с ценой деления 0,0001 г.

4.3.2.2. Проведение анализа

0,2500 г препарата растворяют в 50 см³ воды, прибавляют при перемешивании 5 см³ раствора азотной кислоты, 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов и титруют раствором ртути (II) азотнокислой до исчезновения окраски.

4.3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю роданистого аммония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,007612 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора ртути (II) азотнокислой концентрации точно с $[1/2 \text{ Hg} (\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.), израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески анализируемого препарата, г;

0,007612 — количество роданистого аммония, соответствующее 1,00 см³ раствора ртути (II) азотнокислой концентрации точно с $[1/2 \text{ Hg} (\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.), г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата анализа $\pm 0,3\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При разногласиях в оценке содержания основного вещества определение проводят аргентометрическим методом.

4.4. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.4.1. Аппаратура

Стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770—74.

Тигель фильтрующий ТФ-40-ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные равноплечие 2-го класса модели ВЛР-200 или любого аналогичного типа с ценой деления 0,0001 г.

Весы лабораторные технические 1-го класса модель ВЛТ-1 или любого аналогичного типа с ценой деления 0,01 г.

4.4.2. Проведение анализа

25,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 50 см³ воды, нагревают в течение 1 ч на кипящей водяной бане и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы при температуре 105—110 °С.

Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат при температуре 105—110 °С до постоянной массы.

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

1,25 мг — для препарата х. ч.;

2,5 мг — для препарата ч. д. а.;

5 мг — для препарата ч.

4.5. Определение массовой доли остатка после прокаливания (в виде сульфатов)

Определение проводят по ГОСТ 27184—86. Для определения берут 10,00 г препарата, смачивают 0,2 см³ серной кислоты и далее определение проводят по ГОСТ 27184—86.

Прокаливают при температуре 500—600 °С.

4.6. Определение массовой доли веществ, окисляемых йодом (в пересчете на серу низшей валентности)

4.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Йод по ГОСТ 4159—79, раствор концентрации $c [1/2 J_2] = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.) свежеприготовленный, готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 10%-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Колба Кн-2—50—18 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Бюretка 1—2—5—0,02 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 4—2—1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1 (3) — 50 по ГОСТ 1770—74.

Весы лабораторные технические 1-го класса модель ВЛТ-1 или любого аналогичного типа с ценой деления 0,01 г.

4.6.2. Проведение анализа

4,00 г препарата растворяют в 20 см³ воды, добавляют 1 см³ раствора серной кислоты, 1,0 г йодистого калия, перемешивают, прибавляют 0,5 см³ раствора крахмала и титруют из микробюретки раствором йода до появления синей окраски.

4.6.3. Обработка результатов

Массовую долю веществ, окисляемых йодом (в пересчете на серу низшей валентности) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,00016 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора йода концентрации точно c ($1/2 J_2$) = $= 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.), израсходованный на титрование, см³;

0,00016 — количество серы, соответствующее 1,00 см³ раствора йода концентрации точно c ($1/2 J_2$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.), г;

m — масса навески анализируемого препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0005% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.7. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 2,50 г препарата растворяют в 50 см³ воды, при необходимости, раствор фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой, 20 см³ полученного раствора для квалификации х. ч. и ч. д. а. (соответствует 1 г препарата) или 10 см³ раствора для квалификации ч. (соответствует 0,5 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ с меткой на 25 см³ и доводят объем раствора водой до метки. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом по ГОСТ 10671.5—74 (способ 1).

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:

0,025 мг SO₄ — для препарата х. ч.;

0,05 мг SO₄ — для препарата ч. д. а.;

0,1 мг SO₄ — для препарата ч.,

1 см³ 10%-ного раствора соляной кислоты, 3 см³ раствора крахмала и 3 см³ раствора хлористого бария.

4.8. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74, при этом 0,50 г препарата растворяют в 25 см³ воды, прибавляют 6 см³ раствора азотной кислоты и осторожно нагревают в вытяжном шкафу. После прекращения бурной реакции раствор кипятят, упаривая его до 1/3 первоначального объема. При необходимости растворение, обработку раствором азотной кислоты и нагревание повторяют. Раствор охлаждают и далее определение проводят визуально-неколометрическим методом в объеме 40 см³, не прибавляя раствор азотной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на темном фоне после выдержки в темном месте в течение 15 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

- 0,01 мг Cl — для препарата х. ч.;
- 0,025 мг Cl — для препарата ч. д. а.;
- 0,1 мг Cl — для препарата ч.,

6 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствор азотнокислого серебра.

4.9. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 5,00 г препарата растворяют в 20 см³ воды, содержащих 2 см³ раствора соляной кислоты (рН = 2), и далее определение проводят 2,2'—дипиридиловым методом, применяя для восстановления Fe (III) до Fe (II) 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты (вместо 1 см³)

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

- 0,005 мг — для препарата х. ч.;
- 0,005 мг (0,015 мг) — для препарата ч. д. а.;
- 0,025 мг (0,04 мг) — для препарата ч.

Допускается проводить определение сульфосалициловым методом по ГОСТ 10555—75.

При разногласиях в оценке содержания железа определение проводят 2,2'—дипиридиловым методом.

4.10. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 5,30 г препарата растворяют в 20 см³ воды. Далее определение проводят тиоацетамидным методом, прибавляя 0,5 см³ раствора калия-натрия виннокислого (вместо 1 см³) и 1,5 см³ раствора тиоацетамида (вместо 1 см³).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора

не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

0,01 мг Pb — для препарата х. ч.;

0,025 мг Pb — для препарата ч. д. а.;

0,05 мг Pb — для препарата ч.,

0,3 г анализируемого препарата, 0,5 см³ раствора калия-натрия виннокислого, 2 см³ раствора гидроокиси натрия и 1,5 см³ раствора тиоацетамида.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 11—6.

Группа фасовки: III, IV, V, VII.

5.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.3. Препарат хранят в крытых складских помещениях.

5.4. Не допускается совместное хранение роданистого аммония с окислителями и сильными кислотами.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие роданистого аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — 2 года со дня изготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

Соответствие требований ГОСТ 27067—86 СТ СЭВ 222—85

ГОСТ 27067—86	СТ СЭВ 222—85
Содержание роданистого аммония в продукте квалификации «чистый» — не менее 98 %.	Содержание роданистого аммония в продукте квалификации «чистый» — не менее 98 (97) %. Роданистый аммоний с показателями, указанными в скобках, допускается производить до 01.01.95.

Редактор *А. А. Зимовнова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Б. А. Мурадов*

Сдано в наб. 15.02.86 Подп. в печ. 26.01.87 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,57 уч.-изд. л.
Тир. 12 000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 35