



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

НАТРИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ КИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 6053—77

Издание официальное

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

БЗ 9-93

1770=

Реактивы**НАТРИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ КИСЛЫЙ****Технические условия**Reagents. Sodium bisulphate.
Specifications**ГОСТ****6053—77*****Взамен
ГОСТ 6053—66**

ОКП 26 2112 0860 05

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 8 апреля 1977 г. № 881 срок введения установлен

с 01.01.78

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 17.06.92 № 549

Настоящий стандарт распространяется на кислый сернокислый натрий, который представляет собой бесцветные, слегка гигроскопичные кристаллы, легко растворимые в воде. Водный раствор имеет сильно кислую реакцию.

Формула $\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 138,08.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Кислый сернокислый натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям кислый сернокислый натрий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

* Переиздание (июль 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1992 г. (ИУС 9—92).

© Издательство стандартов, 1994

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2112 0863 02	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2112 0862 03	Чистый (ч.) ОКП 26 2112 0861 04
1. Массовая доля кислого сернокис- лого натрия ($\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), %	99—100	98,5—100	98,5—100
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,0025	0,0050	0,0200
3. Массовая доля кремниевой кислоты (SiO_2), %, не более	0,01	0,02	0,04
4. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,0305	0,0010	0,0020
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0305	0,0010	0,0020
6. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,00025	0,00050	0,00100
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0002	0,0006
8. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,0010	0,0025	0,0050
9. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,0002	0,0004	0,0012
10. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00002	0,00005	0,00010
11. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,00025	0,00050	0,00050
12. Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,0005	Не нормируется	
13. Массовая доля калия (K), %, не более	0,002	Не нормируется	
14. Массовая доля аммония (NH_4), %, не более	0,0005	Не нормируется	

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или типа ВЛЭ-200г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 265 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Определение массовой доли кислого сернокислого натрия

3.2.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Метиловый красный индикатор, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор молярной концентрации точно с $(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

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

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770—74.

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

3.2.2. Около 2,0000 г препарата помещают в колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 1—2 капли раствора метилового красного и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до перехода розовой окраски раствора в оранжевую, наблюдаемую на фоне молочного стекла в проходящем свете.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кислого сернокислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,06904 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно с $(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,06904 — масса кислого сернокислого натрия, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно с $(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа в пределах $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

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

3.3. Определение массовой доли веществ, нерастворимых в воде

3.3.1. Реактивы, растворы и посуда

Барий хлористый по ГОСТ 4108-72, раствор с массовой долей 20%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336-82 типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.

Стакан В(Н)-1-600 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр 1(3) 500-2 по ГОСТ 1770-74.

3.3.2. Проведение анализа

40,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 300 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции на сульфат-ион (проба с раствором хлористого бария) и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

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

- для препарата «химически чистый» — 1 мг,
- для препарата «чистый для анализа» — 2 мг,
- для препарата «чистый» — 8 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 50\%$ для квалификации «химически чистый», $\pm 30\%$ для квалификации «чистый для анализа» и $\pm 10\%$ для квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.4. Определение массовой доли кремнекислоты

Определение проводят по ГОСТ 10671.1-74. При этом 0,50 г препарата растворяют в 50—60 см³ воды в платиновой чашке (ГОСТ 6563-75), нейтрализуют раствором аммиака по *n*-нитрофенолу, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

20 см³ полученного раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят по способу 1.

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

для препарата «химически чистый» — 0,010 мг;

для препарата «чистый для анализа» — 0,020 мг,

для препарата «чистый» — 0,040 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт, определяя массу кремнекислоты в применяемых реактивах, и при ее обнаружении в результате анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли кремнекислоты анализ заканчивают фотометрически.

3.5. Определение массовой доли нитратов

Определение проводят по ГОСТ 10671.2—74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 10 см³ воды и далее определение проводят методом с применением индигокармина.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет слабее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,005 мг NO₃,

для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг NO₃,

для препарата «чистый» — 0,020 мг NO₃.

1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ концентрированной серной кислоты.

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 или 50 см³) и растворяют в 30 см³ воды.

Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%, и далее определение проводят фотодиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

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

для препарата «химически чистый» — 0,010 мг;

для препарата «чистый для анализа» — 0,020 мг.

для препарата «чистый» — 0,040 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.7. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74.

При этом 4,00 г препарата квалификации «химически чистый» или 5,00 г препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый» помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 5 см³ воды, по охлаждении осторожно нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760—79) по *n*-нитрофенолу (раствор с массовой долей 0,2%), доводят объем раствора водой до 15 см³ и далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

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

для препарата «химически чистый» — 0,01 мг;

для препарата «чистый для анализа» — 0,025 мг;

для препарата «чистый» — 0,05 мг.

Допускается проводить определение визуально.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт, определяя массу фосфатов в применяемых реактивах, и при их обнаружении в результате анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят фотометрически.

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555-75. При этом 2,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

для препарата «химически чистый» — 0,005 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 0,005 мг,

для препарата «чистый» — 0,015 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.3.1—3.8. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9. Определение массовой доли магния

3.9.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30%, не содержащий карбонатов; готовят по ГОСТ 4517—87; раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Раствор, содержащий магний; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Mg.

Титановый желтый (индикатор), раствор с массовой долей 0,05%, свежеприготовленный.

Колба Кн-2—50—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки вместимостью 1 (2) и 5 (10) см³.

Цилиндр 1 (3)—25—2 по ГОСТ 1770—74.

3.9.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 17 см³ воды, прибавляют 0,2 см³ раствора титанового желтого, 3 см³ раствора гидроокиси натрия и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин в проходящем свете на фоне молочного стекла розовато-желтая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,002 мг Mg;

для препарата «чистый для анализа» — 0,004 мг Mg;

для препарата «чистый» — 0,012 мг Mg.

0,2 см³ раствора титанового желтого и 2 см³ раствора гидроокиси натрия.

3.10. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 2,50 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют в 30 см³ воды и далее определение проводят методом с применением бромно-ртутной бумаги в солянокислой или сернокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,0005 мг As;

для препарата «чистый для анализа» — 0,00125 мг As;

для препарата «чистый» — 0,0025 мг As;

и соответствующие количества реактивов.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят в сернокислой среде.

3.11. Определение массовой доли тяжелых металлов.

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 4,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 10 см³ воды, нейтрализуют раствором гидроксида натрия (х.ч.) по лакмусовой бумаге, доводят объем раствора водой до 20 см³ и далее определение проводят тиацетамидным методом (фотометрически или визуально).

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

- для препарата «химически чистый» — 0,010 мг;
- для препарата «чистый для анализа» — 0,020 мг;
- для препарата «чистый» — 0,020 мг.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт, определяя массу тяжелых металлов в гидроокиси натрия, применяемой для нейтрализации, и при их обнаружении в результате анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ проводят фотометрическим методом.

3.9.1—3.11. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.12. Определение массовой доли алюминия

3.12.1. Реактивы, растворы, посуда

Алюминон, раствор с массовой долей 0,1%, готовят по ГОСТ 4517—87 не менее чем за 1 ч до определения, годен в течение 5 сут.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 10%.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770—75, раствор готовят следующим образом: к 20 г углекислого аммония прибавляют 20 см³ раствора аммиака, 40 см³ воды, растворяют при слабом нагревании, доводят объем раствора водой до 100 см³ и перемешивают.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор с массовой долей 20%.

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор с массовой долей 30%.

Раствор, содержащий Al, готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Al.

Колба Кн-1—50—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка вместимостью 5(10) см³.

Цилиндр 1(3)—50(25)—2 по ГОСТ 1770—74.

3.12.2. Проведение анализа

2,00 г препарата помещают в коническую колбу (с меткой на 15 см³), растворяют в 10 см³ воды, нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге раствором аммиака, доводят объем раствора водой до метки, прибавляют 5 см³ раствора уксусной кислоты, 5 см³ раствора уксуснокислого аммония и 1 см³ раствора алюминона. Через 5 мин прибавляют 10 см³ раствора углекислого аммония и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин в проходящем свете на фоне молочного стекла окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: для препарата «химически чистый» — 0,01 мг Al, 5 см³ раствора уксусной кислоты, 5 см³ раствора уксуснокислого аммония, 1 см³ раствора алюминона и 10 см³ раствора углекислого аммония.

3.13. Определение массовой доли аммония

Определение проводят по ГОСТ 24245 80. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят визуальным методом, применяя раствор гидроокиси натрия с массовой долей 10% (вместо 20%).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,01 мг NH₄, 1 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 10% и 1 см³ реактива Несслера.

3.12.1—3.13. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.13.1, 3.13.2. (Исключены, Изм. № 1).

3.14. Определение массовой доли примеси калия и кальция

3.14.1. Приборы, оборудование, реактивы и растворы

Фотометр пламенный, а также спектрофотометры на основе спектрографа ИСП-54 (или универсального монохроматора типа УМ-2) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1.

Фотоумножители типа ФЭУ-38, ФЭУ-1.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Горелка.

Пропан-бутан (бытовой в баллоне) или газ из городской сети.

Распылитель.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или вода деминерализованная.

Растворы, содержащие калий и кальций, готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ калия, кальция (раствор А).

Натрий серноокислый кислый, х. ч. с известным содержанием калия и кальция, раствор с массовой долей 10% (раствор Б).

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, необходимо хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка вместимостью 5 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.14.2. Подготовка к анализу

3.14.2.1. Приготовление анализируемых растворов

1,00 г препарата растворяют в воде, помещают в мерную колбу и перемешивают. Объем раствора доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.14.2.2. Приготовление растворов сравнения

Для определения массовой доли примеси калия и кальция в шесть мерных колб вводят по 10 см³ раствора Б и объемы раствора А, указанные в табл. 2.

Таблица 2

Номера растворов сравнения	Объем раствора А, см ³	Массовая концентрация в растворе сравнения в виде добавок, мг/100 см ³		Массовая доля примесей в растворе сравнения в пересчете на препарат, %	
		К	Са	К	Са
1	—	—	—	—	—
2	1	0,01	0,01	0,001	0,001
3	2	0,02	0,02	0,002	0,002
4	3	0,03	0,03	0,003	0,003
5	4	0,04	0,04	0,004	0,004
6	5	0,05	0,05	0,005	0,005

Объемы растворов перемешивают, доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.14.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в ацетилено-воздушном пламени (определение примеси калия можно проводить в пламени пропан-бутан-воздух), используя аналитические линии К — 766,5 и Са — 422,7 нм.

После подготовки прибора проводят фотометрирование спектра растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли примесей.

Затем проводят фотометрирование спектра в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для первого раствора сравнения.

3.14.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая интенсивность излучения по оси ординат, массовую долю калия и кальция в процентах в пересчете на препарат — по оси абсцисс.

Массовую долю примесей в препарате находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.14.2.1—3.14.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 8, подкласс 8.1, черт. 8, классификационный шифр 8173), серийный номер ООН 1821.

Вид и тип упаковки: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9 и 11—1, 11—6, вложенные в картонные навивные барабаны.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Препарат перевозят 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 кислого сернокислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

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

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Кислый сернокислый натрий не ядовит, не взрывоопасен, не огнеопасен.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор Л. И. Нахимова
Технический редактор О. И. Никитина
Корректор М. С. Кабашова

Сдано в наб. 10.08.94. Подп. в печ. 01.09.94. Усл. п. л. 0,93 Усл. кр.-отт. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,80. Тир. 567 экз. С 1613.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 221