



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

АММОНИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 3769—78

Издание официальное

БЗ 3—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

Поправка к ГОСТ 3769—78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|--|------------|--------------|
| Таблица. Графа «Наименование показателя». Показатель 1 | сернистого | сернокислого |

(ИУС № 6 2018 г.)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**Реактивы****АММОНИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ****ГОСТ
3769—78****Технические условия**Reagents. Ammonium sulphate.
Specifications

ОКП 26 2116 0660 02

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на сернокислый аммоний, представляющий собой бесцветные кристаллы, в массе белого цвета; растворим в воде.

Формула $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 132,13.

(Измененная редакция, Изм. № 1).**1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

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

1.2. По физико-химическим показателям сернокислый аммоний должен соответствовать значениям, указанным в таблице.

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Переиздание с Изменениями

| Наименование показателя | Значение | | |
|--|---|---|---------------------------------|
| | Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2116 0663 10 | Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2116 0662 00 | Чистый (ч.) ОКП 26 2116 0661 01 |
| 1. Массовая доля сернистого аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, %, не менее | 99,0 | 99,0 | 98,0 |
| 2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более | 0,002 | 0,003 | 0,01 |
| 3. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более | 0,01 | 0,02 | 0,03 |
| 4. Массовая доля нитратов и хлоратов (NO_3) , %, не более | 0,001 | 0,002 | 0,005 |
| 5. (Исключен, Изм. № 1). | | | |
| 6. Массовая доля фосфатов (PO_4) , %, не более | 0,0003 | 0,0005 | 0,002 |
| 7. Массовая доля хлоридов (Cl) , %, не более | 0,0003 | 0,001 | 0,002 |
| 8. Массовая доля железа (Fe) , %, не более | 0,0002 | 0,0005 | 0,001 |
| 9. Массовая доля кальция (Ca) , %, не более | 0,002 | 0,005 | Не нормируется |
| 10. Массовая доля магния (Mg) , %, не более | 0,0002 | 0,0005 | Не нормируется |
| 11. Массовая доля мышьяка (As) , %, не более | 0,00002 | 0,00002 | 0,00005 |
| 12. Массовая доля тяжелых металлов (Pb) , %, не более | 0,0003 | 0,0005 | Не нормируется |
| 13. pH раствора препарата с массовой долей 5 % | 5,0—6,0 | 4,5—6,0 | 4,5—6,0 |

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Серноокислый аммоний (в больших количествах) может вызвать раздражение слизистой оболочки и кожного покрова.

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (распираторы, резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены. При попадании препарата на кожу или в глаза следует смыть его большим количеством воды.

2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3.2. Определение массовой доли фосфатов, кальция, магния, мышьяка и тяжелых металлов изготовитель проводит в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг по ГОСТ 24104.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 550 г.

4.2. Определение массовой доли серноокислого аммония

4.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1 (2)—2—50—0,1 по НТД.

Пипетка 6 (7)—2—25 по НТД.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Термометр ТЛ-2 1-В2 по ГОСТ 28498.

Секундомер.

Цилиндр 1 (3)—50 или мензурка 50 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы концентрации $c(\text{NaOH})=0,5$ моль/дм³ (0,5 н.) и $c(\text{NaOH})=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Формалин технический по ГОСТ 1625, раствор, разбавленный 1 : 1, предварительно нейтрализованный по фенолфталеину раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³ до появления не исчезающей в течение 20 с розовой окраски, наблюдаемой на фоне молочного стекла.

4.2.2. 1,0000 г препарата помещают в колбу, растворяют в 40 см³ воды, прибавляют 25 см³ раствора формалина, 3—4 капли раствора фенолфталеина, подогревают раствор до 40—45 °С и титруют из бюретки при энергичном перемешивании раствором гидроокиси натрия концентрации 0,5 моль/дм³ до розовой окраски раствора.

4.2.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{V \cdot 0,03303 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;
0,03303 — масса серноокислого аммония, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 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 0,2 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,4$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.2.1—4.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Стакан В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—500 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 300 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают

в течение 1 ч на водяной бане, затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания тигля в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

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

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

- для препарата химически чистый — 1,0 мг,
- для препарата чистый для анализа — 1,5 мг,
- для препарата чистый — 5,0 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания

20,00 г препарата помещают частями в платиновый тигель (или чашку) (ГОСТ 6563) вместимостью около 60 см³, предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания тигля в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Тигель осторожно нагревают на электрической плитке до улетучивания препарата.

Остаток прокаливают в муфельной печи при 500—600 °С до постоянной массы.

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

- для препарата химически чистый — 2 мг,
- для препарата чистый для анализа — 4 мг,
- для препарата чистый — 6 мг.

Остаток после прокаливания сохраняют для определения кальция по п. 4.10 и магния по п. 4.11.

4.5. Определение массовой доли нитратов и хлоратов

Определение проводят по ГОСТ 10671.2. При этом 2,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, раство-

ряют в 25 см³ воды (воду отмеряют цилиндром 1—25 по ГОСТ 1770) и перемешивают.

5 см³ полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) пипеткой 2—2—5 (по НТД) и 5 см³ воды помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 см³ и далее определение проводят методом с применением индигокармина.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин на фоне молочного стекла 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 — 0,025 мг NO₃,

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

4.3—4.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.6—4.6.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

4.7. **Определение массовой доли фосфатов**

Определение проводят по ГОСТ 10671.6. При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 15 см³), растворяют в 10 см³ воды при перемешивании, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой, доводят объем раствора водой до метки 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 — 0,015 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов определение заканчивают фотометрическим методом.

4.8. **Определение массовой доли хлоридов**

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 4,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 см³ или на 50 см³), растворяют в 30 см³ воды, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя

лента», предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят фототурбидиметрическим методом (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим методом (в объеме 40 см³).

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

- для препарата химически чистый — 0,012 мг,
- для препарата чистый — для анализа — 0,040 мг,
- для препарата чистый — 0,080 мг.

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

4.9. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 3,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 20 см³), растворяют в 15 см³ воды, прибавляют 1 мл раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. Затем раствор охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

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

- для препарата химически чистый — 0,006 мг,
- для препарата чистый для анализа — 0,015 мг,
- для препарата чистый — 0,030 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

Допускается проводить определение 2,2'-дипиридиловым методом после предварительного выпаривания раствора препарата досуха. При разногласиях в оценке массовой доли железа определение проводят сульфосалициловым методом фотометрически.

4.10. Определение массовой доли кальция

4.10.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4 (5)—2—2, 6 (7)—2—5 и 6 (7)—2—10 по НТД.

Пробирка П1—16—150 ХС по ГОСТ 25336.

Секундомер.

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %, готовят по ГОСТ 4517.

Мурексид, раствор с массовой долей 0,05 %, годен в течение двух суток.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х. ч. раствор концентрации $c(\text{NaOH})=1$ моль/дм³ (1 н.).

Раствор, содержащий кальций (Ca), готовят по ГОСТ 4212 соответствующим разбавлением готовят раствор с массовой концентрацией 0,01 мг/см³.

4.10.2. Проведение анализа

Остаток после прокаливании, полученный по п. 4.4, растворяют при нагревании на водяной бане в 1 см³ раствора соляной кислоты и 10 см³ воды. Раствор охлаждают, нейтрализуют раствором гидроксида натрия по универсальной индикаторной бумаге до pH 7 (проба на вынос), количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор А. Раствор А сохраняют для определения магния по п. 4.11.

2,5 см³ раствора А (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в пробирку, прибавляют 5,5 см³ воды, 1 см³ раствора гидроксида натрия, перемешивают, прибавляют 1 см³ раствора мурексида и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1—2 мин розовато-фиолетовая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку в проходящем свете на фоне молочного стекла не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,010 мг Ca,

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг Ca,

1 см³ раствора гидроксида натрия и 1 см³ раствора мурексида.

Окраска растворов устойчива до 10 мин.

4.11. Определение массовой доли магния

4.11.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Пипетки 4 (5)—2—2, 6 (7)—2—5 и 6 (7)—2—10 по НТД.

Пробирка П1—16—150 ХС по ГОСТ 25336.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %, готовят по ГОСТ 4517.

Раствор содержащий магний (Mg), готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор с массовой концентрацией 0,001 мг/см³.

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

4.11.2. Проведение анализа

7,5 см³ раствора А, полученного по п. 4.10.2 (соответствуют 1,5 г препарата), помещают в пробирку (с меткой на 10 мл), прибавляют 0,2 см³ раствора титанового желтого, 2 см³ раствора гидроксида натрия, доводят объем раствора водой до метки 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.

4.12. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485. При этом 5,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют в 30 см³ воды и далее определение проводят визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в солянокислой или сернокислой среде.

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

для препарата химически чистый — 0,001 мг As,

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг As,

для препарата чистый — 0,0025 мг As

и соответствующие количества реактивов.

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

4.13. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 3,30 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 17 см³ воды и далее определение проводят тиацетамидным методом фотометрически или визуально колориметрически прибавляя в растворы сравнения по 0,3 г препарата.

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

для препарата химически чистый — 0,009 мг Рв.

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

4.14. Определение рН раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336), растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), отмеряют воду цилиндром 1 (3)—100 (ГОСТ 1770) и измеряют рН раствора на универсальном ионере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности $\pm 0,05$ рН.

4.7.—4.14. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 2—9.

Группа фасовки: III, IV, V, VI.

На тару наносится знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9163).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

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

Разд. 6. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности****РАЗРАБОТЧИКИ**

**Г.В. Грязнов, Т.Г. Манова, И.Л. Ротенберг, З.М. Ривина,
З.М. Сульман, Г.И. Федотова, Л.В. Кидиярова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17 июля 1978 г. № 1911**3. ВЗАМЕН ГОСТ 3769—73****4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|------------------------------------|
| ГОСТ 1625—89 | 4.2.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 4.2.1, 4.3.1, 4.5, 4.10.1, 4.14 |
| ГОСТ 3118—77 | 4.10.1 |
| ГОСТ 3885—73 | 3.1, 4.1, 5.1 |
| ГОСТ 4212—76 | 4.10.1, 4.11.1 |
| ГОСТ 4328—77 | 4.2.1, 4.10.1, 4.11.1 |
| ГОСТ 4517—87 | 4.2.1, 4.10.1, 4.14 |
| ГОСТ 4919.1—77 | 4.2.1 |
| ГОСТ 6563—75 | 4.4 |
| ГОСТ 6709—72 | 4.3.1, 4.10.1, 4.11.1 |
| ГОСТ 10485—75 | 4.12 |
| ГОСТ 10555—75 | 4.9 |
| ГОСТ 10671.2—74 | 4.5 |
| ГОСТ 10671.6—74 | 4.7 |
| ГОСТ 10671.7—74 | 4.8 |
| ГОСТ 17319—76 | 4.13 |
| ГОСТ 18300—87 | 4.2.1 |
| ГОСТ 19433—88 | 5.1 |
| ГОСТ 24104—88 | 4.1a |
| ГОСТ 25336—82 | 4.2.1, 4.3.1, 4.10.1, 4.11.1, 4.14 |
| ГОСТ 25794.1—83 | 4.2.1 |
| ГОСТ 27025—86 | 4.1a |
| ГОСТ 28498—90 | 4.2.1 |

С. 12 ГОСТ 3769—78

Электронная версия

- 5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)**
- 6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1997 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 18.09.97. Подписано в печать 23.10.97.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,83. Тираж 108 экз. С1033. Зак. 753.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102