



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

АММОНИЙ РОДАНИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 19522—74

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

**АММОНИЙ РОДАНИСТЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЙ****Технические условия**

Technical ammonium thiocyanate.
Specifications

**ГОСТ
19522-74***

ОКП 21 5121

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 18 февраля 1974 г. № 446 срок введения установлен

с 01.01.75

Проверен в 1986 г. Постановлением Госстандарта от 30.07.86 № 2299
срок действия продлен

до 01.01.92**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на технический роданистый аммоний, получаемый на основе цианистого водорода коксового газа.

Технический роданистый аммоний предназначается для химической, текстильной, медицинской промышленности и для других целей.

Технический роданистый аммоний гигроскопичен.

Формула NH_4CNS .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1977 г.) — 76, 116.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Технический роданистый аммоний должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям технический роданистый аммоний должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

* Переиздание (март 1987 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1981 г.; Пост. 4893 от 13.11.81, шюле 1986 г. (ИУС 1—82, 11—86).

© Издательство стандартов, 1987

| Наименование показателя | Норма для сорта | |
|--|---|------------------|
| | 1-го | 2-го |
| | ОКП 21 5121 0130 | ОКП 21 5121 0140 |
| 1. Внешний вид | Кристаллическое вещество бесцветное или окрашенное от светло-желтого до коричневого цвета | |
| 2. Массовая доля роданистого аммония (NH_4CNS), %, не менее | 93 | 92 |
| 3. Массовая доля хлоридов в пересчете на Cl^- , %, не более | 0,07 | 0,10 |
| 4. Массовая доля сульфатов в пересчете на SO_4^{2-} , %, не более | 0,6 | 0,7 |
| 5. Массовая доля железа в пересчете на Fe^{3+} , %, не более | 0,03 | 0,07 |
| 6. Массовая доля нелетучих веществ, %, не более | 0,10 | 0,15 |
| 7. Массовая доля нерастворимых веществ, %, не более | 0,4 | 0,7 |
| 8. Массовая доля веществ, окисляемых йодом, в пересчете на S^{2-} , %, не более | 0,07 | — |

Примечание. Показатель 8 таблицы нормируется в продукте, предназначенном для производства реактива.

В роданистом аммонии, дополнительно очищенном активированным углем, показатель 8 не должен превышать 0,02%.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Роданистый аммоний слабо токсичен, пожаро- и взрывобезопасен. Общий характер токсикологического действия на организм человека выражается явлением ксантопсии (видение всех предметов окрашенными в желтый цвет), которое продолжается в течение 2 суток, после чего проходит.

Роданистый аммоний при длительном воздействии способен угнетать щитовидную железу, вызывать поражение почек, при попадании на кожу вызывает раздражение и покраснение.

1а.2. Обслуживающий персонал должен быть снабжен спецодеждой (халатами, нарукавниками, фартуками), средствами индивидуальной защиты (резиновыми перчатками, кедами), аптечкой первой помощи.

Испытание проб роданистого аммония необходимо проводить в вытяжном шкафу.

1а.3. При появлении симптомов отравления пострадавшего необходимо вывести из производственного помещения и доставить на медпункт.

Пораженное место следует обмыть теплой водой с мылом.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 5445—79.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Методы отбора проб — по ГОСТ 5445—79 со следующим дополнением: пробоотборник погружают на всю глубину мешка. Масса средней пробы должна быть не менее 0,5 кг.

3.1а. Все взвешивания осуществляют на лабораторных весах общего назначения по ГОСТ 24104—80 1-го и 2-го классов точности с пределом взвешивания 200 г. Допускается применение других весов с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.2. Внешний вид технического роданистого аммония определяют визуально.

3.3. Определение массовой доли роданистого аммония в пределах массовых долей от 35 до 100%.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.1. *Реактивы, растворы и посуда:*

калий роданистый по ГОСТ 4139—75, х. ч., высушенный до постоянной массы при 150 °С;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., концентрированная и раствор массовой концентрации 0,25 г/см³;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, насыщенный на холоду раствор; готовят следующим образом: 42 г железоаммонийных квасцов растирают в порошок и растворяют в 100 см³ воды. Насыщенный раствор красноватого цвета быстро фильтруют через складчатый фильтр и к мутному фильтрату добавляют по каплям концентрированную азотную кислоту до тех пор, пока ее прибавление не будет вызывать дальнейшего осветления раствора;

ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520—78, ч.д.а., раствор концентрации точно $c\left(\frac{1}{2}\text{-Hg}(\text{NO}_3)_2\right)=0,1$ моль/дм³; готовят следующим образом: 17 г окисной азотнокислой ртути растворяют в стакане в 1 дм³ воды, содержащей 30 см³ раствора азотной кислоты массовой концентрации 0,25 г/см³. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Через 24 ч устанавливают concentra-

цию полученного раствора. Для этого около 0,3 г роданистого калия взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 5 см³ раствора азотной кислоты массовой концентрации 0,25 г/см³, 1 см³ раствора железоммонийных квасцов и титруют раствором окисной азотнокислой ртути до исчезновения окраски титруемого раствора.

Поправочный коэффициент раствора окисной азотнокислой ртути вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{0,009718 \cdot V},$$

где m — навеска роданистого калия, г;

V — объем раствора окисной азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, см³;

0,009718 — количество роданистого калия, соответствующее 1 см³

концентрации точно с ($\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 = 0,1$ моль/дм³, г;

колбы по ГОСТ 1770—74, исполнения 2, вместимостью 250 см³;

стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336—82, тип СВ или СН;

колбы конические по ГОСТ 25336—82, без шлифа;

пипетки по ГОСТ 20292—74, исполнения 1, 2, вместимостью 1,5 и 25 см³;

бюретка по ГОСТ 20292—74, исполнения 1—4, вместимостью 50 см³;

стаканы химические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 150 и 1000 см³;

склянка из темного стекла, вместимостью 1000 см³.

3.3.2. Проведение анализа

3 г роданистого аммония, взвешенного в стаканчике с погрешностью не более 0,001 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Из колбы отбирают пипеткой 25 см³ раствора, помещают в коническую колбу, прибавляют 5 см³ раствора азотной кислоты массовой концентрации 0,25 г/см³, 1 см³ раствора железоммонийных квасцов и титруют раствором окисной азотнокислой ртути до исчезновения окраски при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot 0,007611 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V — объем раствора окисной азотнокислой ртути концентрации точно $c \left(\frac{1}{2} \text{Hg} (\text{NO}_3)_2 = 0,1 \text{ моль/дм}^3 \right)$; израсходованный на титрование, см^3 ;

m — навеска продукта, г;

0,007611 — количество роданистого аммония, соответствующее 1 см^3 раствора окисной азотнокислой ртути, концентрации точно $c \left(\frac{1}{2} \text{Hg} (\text{NO}_3)_2 = 0,1 \text{ моль/дм}^3 \right)$, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 абс. %.

3.4. Определение массовой доли хлоридов в пересчете на Cl^-

3.4.1. *Реактивы, растворы, посуда и аппаратура:*

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., раствор массовой концентрации $0,25 \text{ г/см}^3$;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77, насыщенный раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации точно $c (\text{AgNO}_3) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$;

ацетон по ГОСТ 2603—79;

железо хлорное по ГОСТ 4147—74 или железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111—74, раствор массовой концентрации $0,1 \text{ г/см}^3$;

раствор хлористого натрия концентрации точно $c (\text{NaCl}) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$, готовится из фиксанала;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

электролитический ключ — U-образная трубка, заполненная теплым раствором агар-агара; раствор агар-агара готовят следующим образом: 1 г агар-агара смачивают предварительно 30 см^3 воды, затем прибавляют 3 см^3 насыщенного раствора азотнокислого калия и кипятят до полного растворения агар-агара;

бюретка по ГОСТ 20292—74, исполнения 1—5, вместимостью 25 см^3 ;

колбы по ГОСТ 1770—74, исполнения 2, с шлифованной пробкой, вместимостью 100 см^3 ;

пипетки по ГОСТ 20292—74, исполнения 2, вместимостью 10 см^3 ;

стаканы химические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 см^3 ;

цилиндры измерительные по ГОСТ 1770—74 с носиком, вместимостью 50 см^3 ;

электрод серебряный (серебряная проволока диаметром 1 мм);

электрод каломельный и хлорсеребряный;

мешалка электромагнитная;

pH-метр лабораторный, типа ЛП-58, ЛПУ-01 или другой аналогичный прибор.

3.4.2. *Проведение анализа*

10 г роданистого аммония, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки. Раствор фильтруют (первые 10 см³ отбрасывают). Фильтрат сохраняют для определения сульфатов (п. 3.5).

Из полученного фильтрата пипеткой отбирают 10 см³, наливают в стакан вместимостью 150—200 см³, добавляют 30 см³ воды, 12 см³ раствора азотной кислоты и осторожно нагревают (в вытяжном шкафу) до едва заметного появления окислов азота, что определяется по изменению цвета раствора. Затем нагревание прекращают и после окончания реакции (выделение паров окислов азота и обесцвечивание раствора) раствор упаривают кипячением в течение 10 мин. Перед концом упаривания стенки стакана осторожно смывают небольшим количеством воды.

В полученном окисленном растворе проверяют отсутствие ионов CNS^- следующим образом: на капельную пластинку или фильтровальную бумагу помещают 1—2 капли раствора хлорного железа и одну каплю анализируемого раствора. Если реакция на CNS^- отрицательная (нет красной окраски), к охлажденному раствору прибавляют 10 см³ раствора хлористого натрия, 35—40 см³ ацетона и проводят потенциметрическое титрование 0,01 н. раствором азотнокислого серебра с применением серебряного и каломельного электродов, соединенных между собой с помощью электролитического ключа.

При наличии ионов CNS^- добавляют еще 3—4 см³ раствора азотной кислоты и проводят повторное окисление анализируемого раствора.

Каломельный электрод помещают в насыщенный раствор азотнокислого калия, серебряный — в анализируемый раствор на глубину не менее 10 мм, электрод соединяют с потенциометром.

Стаканчик с анализируемым раствором закрывают черной бумагой, устанавливают на плитке электромагнитной мешалки и опускают магнитик, запаянный в стеклянную трубочку, включают электромагнитную мешалку и производят титрование из бюретки.

Сначала добавляют по 1 см³ раствора азотнокислого серебра в один прием и записывают расход азотнокислого серебра и изменение потенциала в таблицу. При изменении потенциала на величину более 10 мВ, постепенно уменьшают количество добавляемого в один прием раствора азотнокислого серебра до 0,25 см³.

После скачка потенциала в точке эквивалентности продолжают добавлять раствор азотнокислого серебра до изменения потенциала не более, чем на 3—5 мВ.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях, титруя 10 см³ раствора хлористого натрия раствором азотнокислого серебра.

На основе полученных данных строят график зависимости потенциала от объема раствора азотнокислого серебра, израсходованного на титрование.

По положению максимального скачка потенциала находят точку эквивалентности и по найденному расходу раствора азотнокислого серебра производят расчет содержания хлоридов.

3.4.3. Обработка результатов

Массовую долю хлоридов в пересчете на Cl^- (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,000355 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10},$$

где V_2 — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно c (AgNO_3) = 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно c (AgNO_3) = 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

m — навеска роданистого аммония, г;

0,000355 — количество ионов хлора, соответствующее 1 см³ раствора азотнокислого серебра концентрации точно c (AgNO_3) = 0,01 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,005% при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.5. Определение массовой доли сульфатов в пересчете на SO_4^{2-}

3.5.1. Реактивы, растворы и посуда:

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор массовой концентрации 0,25 г/см³;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а., концентрированная и раствор массовой концентрации 0,1 г/см³;

спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78;

гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79 или гидрат солянокислый по ГОСТ 22159—76;

цинк гранулированный по ГОСТ 989—75, без мышьяка, х.ч.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

аммиачный буферный раствор; готовят следующим образом: 67 г хлористого аммония растворяют в 250—300 см³ воды в мерной

колбе вместимостью 1 дм³, прибавляют 570 см³ аммиака и доводят объем раствора водой до метки;

хромоген черный ЕТ-00 (индикатор), готовят следующим образом: 0,5 г хромогена черного ЕТ-00 растворяют в спирте в мерной колбе вместимостью 100 см³, добавляют 4—5 г гидрохлорида гидроксиламина и объем раствора доводят спиртом до метки (прибавление гидроксиламина предусматривает обезвреживание следов металлов в анализируемом растворе вследствие их восстановления);

цинк хлористый по ГОСТ 4529—78, х.ч., раствор концентрации с $(\frac{1}{2}\text{ZnCl}_2)=0,1$ моль/дм³; готовят следующим образом: 3—4 г металлического цинка растворяют в 30 см³ концентрированной соляной кислоты в конической колбе вместимостью 500 см³. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора водой до метки.

Концентрацию раствора (с) вычисляют по формуле

$$c = \frac{m}{32,69} ,$$

где m — навеска цинка, г;

32,69 — эквивалентная масса цинка, г;

соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б), по ГОСТ 10652—73, раствор концентрации с $(\frac{1}{2}\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0,1$ моль/дм³; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б помещают в стакан и растворяют в воде, фильтруют, если раствор получается мутным, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора водой до метки.

Для определения концентрации раствора трилона Б отбирают пипеткой 10 см³ раствора хлористого цинка в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ аммиачного буферного раствора, 6—7 капель индикатора-хромогена черного в смеси с гидрохлоридом гидроксиламином и медленно титруют (при интенсивном перемешивании) раствором трилона Б до изменения (красно-розового) малинового цвета жидкости в синюю;

барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х.ч. или ч.д.а. раствор концентрации точно с $(\frac{1}{2}\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0,1$ моль/дм³; готовят следующим образом: 12,216 г хлористого бария растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и объем раствора доводят водой до метки.

Для определения нормальности отбирают пипеткой 10 см³, добавляют 10 см³ хлористого магния, 10 см³ аммиачного буферного раствора, 6—7 капель индикатора-хромогена черного и медленно

титруют (при интенсивном перемешивании) раствором трилона Б до изменения малинового цвета в чисто-синий.

При расчете концентрации раствора хлористого бария из общего количества трилона Б, израсходованного на титрование, вычитают расход последнего на титрование 10 см³ раствора хлористого магния;

магний хлористый 6-водный по ГОСТ 4209—77, раствор концентрации с $(\frac{1}{2}\text{MgCl}_2) = 0,1$ моль/дм³ готовят следующим образом: 10,166 г хлористого магния растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, объем раствора доводят водой до метки.

Концентрацию устанавливают по раствору трилона Б. Для этого в коническую колбу вместимостью 200—250 см³ отбирают пипеткой 10 см³ раствора хлористого магния, добавляют 10 см³ аммиачного буферного раствора и 5—6 капель индикатора — хромогена черного и титруют раствором трилона Б, как указано выше;

стаканы химические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 250 см³;

колбы по ГОСТ 1770—74, исполнения 1, 2, вместимостью 250 и 1000 см³;

колбы конические по ГОСТ 25336—82, без шлифа, вместимостью 100, 250 и 500 см³;

цилиндры по ГОСТ 1770—74, исполнения 1,3, вместимостью 50, 100 см³;

пипетки по ГОСТ 20292—74, разные;

бюретки по ГОСТ 20292—74, исполнения 1—5, вместимостью 50 см³.

3.5.2. Проведение анализа

Из раствора, приготовленного по п. 3.4.2, отбирают пипеткой 25 см³, наливают в колбу, добавляют 75 см³ воды, 0,2 см³ раствора соляной кислоты массовой концентрации 0,1 г/см³ и доводят раствор до кипения. Затем к кипящему раствору добавляют медленно пипеткой 10 см³ титрованного раствора хлористого бария, приливая его в центр колбы. Колбу с содержимым тщательно взбалтывают и выдерживают в течение 15—20 мин. После этого колбу с содержимым охлаждают, добавляют 10 см³ раствора хлористого магния, 10 см³ аммиачного буферного раствора и титруют в присутствии 5—6 капель индикатора—хромогена черного раствором трилона Б, при энергичном взбалтывании до перехода окраски от малинового цвета до синего. Изменение окраски от начального малинового цвета к синему протекает через промежуточный сиреневый цвет; по достижении промежуточной окраски необходимо добавить 2—3 капли индикатора. Раствор трилона Б прибавляют медленно и тщательно взбалтывают.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях, титруя 10 см³ хлористого магния раствором трилона Б.

3.5.3. Обработка результатов

Массовую долю сульфатов в пересчете на SO_4^{2-} (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{[V - (V_1 - V_2)] \cdot 0,0048 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V — объем раствора хлористого бария, добавленный для осаждения сульфата, см^3 ;

V_1 — объем раствора концентрации точно c ($\frac{1}{2} \text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/ дм^3 , израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3 ;

V_2 — объем раствора концентрации точно c ($\frac{1}{2} \text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/ дм^3 , израсходованный на титрование контрольного раствора, см^3 ;

m — навеска анализируемого роданистого аммония, г;

0,0048 — количество ионов SO_4^{2-} , соответствующее 1 см^3 раствора концентрации точно c ($\frac{1}{2} \text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/ дм^3 , г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.6. Определение массовой доли железа в пересчете на Fe^{3+}

3.6.1. Реактивы, растворы, приборы и посуда:

кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор массовой концентрации 0,1 г/ см^3 ;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор массовой концентрации 0,25 г/ см^3 ;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., концентрированная и раствор массовой концентрации 0,1 г/ см^3 ;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, х. ч.

Раствор А, готовят следующим образом: 4,3135 г железоаммонийных квасцов, взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан и растворяют в 25 см^3 воды, подкисленной 5—6 каплями концентрированной серной кислоты. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор А содержит 1 мг/ см^3 ионов железа.

Раствор Б, готовят следующим образом: 5 см^3 раствора А пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 , прибавляют 50 см^3 воды, подкисленной 5 см^3 раствора серной кислоты

массовой концентрации 0,1 г/см³, и доводят объем раствора до метки; раствор Б содержит 0,025 мг/см³ ионов железа; раствор готовят в день построения градуировочного графика;

фотокolorиметр типа ФЭК-56 или аналогичный прибор;

колбы по ГОСТ 1770—74, исполнения 2, вместимостью 50, 200, 250 и 500 см³;

пипетки по ГОСТ 20292—74, исполнения 2, 6, 7, вместимостью 5 и 10 см³;

стаканы химические по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 см³.

3.6.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы: в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят соответственно 1; 2; 3; 4; 5; 6 см³ раствора Б.

В каждую колбу приливают по 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и по 5 см³ раствора аммиака, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, в который приливают все те же реактивы, кроме раствора Б.

Через 10 мин измеряют величину оптической плотности образцовых растворов по отношению к раствору сравнения в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм, пользуясь синим светофильтром.

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

3.6.3. Проведение анализа

10 г роданистого аммония, взвешенного с погрешностью не более 0,02 г, растворяют в 50 см³ воды в мерной колбе вместимостью 250 см³, затем доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и фильтруют.

10 см³ фильтрата пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, 5 см³ раствора аммиака, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора, как указано в п. 3.6.2.

3.6.4. Обработка результатов

Массовую долю железа в пересчете на Fe³⁺ (X₃) в процентах вычисляют по формуле

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

где *a* — содержание ионов железа, найденное по градуировочному графику, мг;

m — навеска анализируемого роданистого аммония, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,005% при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.7. Определение массовой доли нелетучих веществ

3.7.1. Реактивы и аппаратура:

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор массовой концентрации 0,25 г/см³;

аммоний сернистый (раствор) по ГОСТ 3767—73;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

колба по ГОСТ 1770—74, с шлифованной пробкой, вместимостью 200 см³;

цилиндры по ГОСТ 1770—74, исполнения 1, 3;

баня песчаная;

печь муфельная лабораторная;

тигли фарфоровые вместимостью 50 см³.

3.7.2. Проведение анализа

20 г роданистого аммония взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 100 см³ воды в мерной колбе вместимостью 200 см³, прибавляют 5 см³ водного раствора аммиака, 4—5 см³ раствора односернистого аммония и доводят объем раствора водой до метки, хорошо перемешивая. Полученный раствор фильтруют, отбросив первые 10 см³ фильтрата. 100 см³ фильтрата выпаривают в предварительно прокаленном и взвешенном до постоянной массы фарфоровом тигле вместимостью 50 см³, постепенно подливая фильтрат. Под конец выпаривание ведут на песчаной бане до тех пор, пока в тигле не образуется сухой плотный коричневый остаток. Содержимое тигля прокаливают в муфельной печи при температуре 700—800°C и взвешивают до постоянной массы со случайной погрешностью не более 0,0005 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю нелетучих веществ (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — навеска роданистого аммония, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса пустого тигля с остатком, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,005%.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.8. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.8.1. Реактивы и аппаратура:

железо хлорное по ГОСТ 4147—74 или железо азотнокислое по ГОСТ 4111—74, раствор массовой концентрации 0,1 г/см³;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

фильтры беззольные «белая лента»;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82 или воронки Бюхнера по ГОСТ 9147—80;

колбы с тубусом по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100—250 см³;

стаканы химические по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³.

3.8.2. Проведение анализа

25 г роданистого аммония, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 100 см³ воды в стакане, который накрывают часовым стеклом, помещают на кипящую водяную баню и выдерживают в течение 1 ч, затем раствор отфильтровывают через предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г бумажный фильтр «белая лента». Остаток на фильтре и стакан промывают горячей водой до исчезновения красной окраски при добавлении к промывной воде раствора хлорного железа (или азотнокислого).

Фильтр с остатком сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Если фильтрование протекает очень медленно, можно фильтровать под вакуумом, используя для этой цели фарфоровые воронки и колбы для фильтрования под вакуумом.

3.8.3. Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде веществ (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса фильтра с остатком, г;

m_1 — масса пустого фильтра, г;

m_2 — навеска роданистого аммония, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 %, при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.9. Определение массовой доли веществ, окисляемых йодом

3.9.1. Реактивы, растворы и посуда:

йод по ГОСТ 4159—79, раствор с $\left(\frac{1}{2} J_2\right) = 0,01$ моль/дм³;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74;
 кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор массовой концентрации 0,1 г/см³;
 крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор массовой концентрации 0,005 г/см³;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
 воронка по ГОСТ 25336—82, тип В;
 колба по ГОСТ 25336—82, тип Кн или КнКш, вместимостью 250 см³;
 цилиндры по ГОСТ 1770—74, исполнения 1 или 3, вместимостью 5 или 10 и 50 или 100 см³;
 бюретка по ГОСТ 20292—74, исполнения 1—3, вместимостью 25 см³;
 бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76 или фильтры бумажные «белая лента», при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.9.2. Проведение анализа

4 г роданистого аммония, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 50 см³ воды, фильтруют в колбу, промывают остаток на фильтре несколько раз водой. Общий объем фильтрата должен быть около 100 см³. К фильтрату прибавляют 1 см³ раствора серной кислоты, 1,5 г йодистого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, взбалтывают, оставляют в покое 1 мин, затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и титруют из бюретки раствором йода до появления синей окраски. Одновременно проводят контрольный опыт.

3.9.3. Обработка результатов

Массовую долю веществ, окисляемых йодом в пересчете на S²⁻ (X₅) в процентах, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,00016 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора точно с $\left[\left(\frac{1}{2} J_2\right)\right] = 0,01$ моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_2 — объем раствора точно с $\left[\left(\frac{1}{2} J_2\right)\right] = 0,01$ моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

0,00016 — масса серы, соответствующая 1 см³ точно с $\left[\left(\frac{1}{2} J_2\right)\right] = 0,01$ моль/дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,005 %.

3.10. Результаты анализов округляют по СТ СЭВ 543—77 до значащих цифр в соответствии с таблицей технических требований.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Технический роданистый аммоний упаковывают в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78, затем вкладывают в бумажные четырехслойные непропитанные мешки или бумажные битумированные мешки по ГОСТ 2226—75.

Масса роданистого аммония с упаковкой должна быть не более 40 кг.

Полиэтиленовые мешки должны быть запаяны, а бумажные — прошиты машинным способом.

4.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с указанием манипуляционного знака «Бойтся сырости» и следующих дополнительных данных:

наименования и сорта продукта;
даты изготовления и номера партии;
обозначения настоящего стандарта.

4.1.—4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. (Исключен, Изм. № 1).

4.4. Технический роданистый аммоний транспортируют в крытых железнодорожных вагонах повагонными отправками в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на железнодорожном транспорте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.5. Технический роданистый аммоний хранят в упакованном виде в закрытых складских помещениях.

4.6. Упакованный технический роданистый аммоний с 01.01.1984 г. должен транспортироваться пакетами по ГОСТ 21929—76.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества технического роданистого аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

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

5.1.—5.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

Раздел 6. (Исключен, Изм. № 2).

Изменение № 3 ГОСТ 19522—74 Аммоний роданистый технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.04.91 № 500
Дата введения 01.09.91

Пункт 1.2. Таблица. Исключить графу: «2-го»; головку изложить в новой редакции:

| Наименование показателя | Норма |
|-------------------------|-------|
|-------------------------|-------|

Пункт 3.1а изложить в новой редакции: «3.1а. Все взвешивания осуществляют на лабораторных весах общего назначения по ГОСТ 24104—88 1-го и 2-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

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

Пункты 3.3.1, 3.6.1. Заменить ссылку: ГОСТ 4205—77 на ТУ 6—09—5359—87.

Пункт 3.4. Наименование дополнить абзацем: «Метод применяется в интервале значений массовой доли хлоридов от 0,03 до 0,15 %».

Пункт 3.5. Наименование дополнить абзацем: «Метод применяется в интервале значений массовой доли сульфатов от 0,2 до 1,5 %».

Пункт 3.5.1. Заменить ссылку: ГОСТ 989—75 на ТУ 6—09—5294—86.

(Продолжение см. с. 136)

(Продолжение изменения к ГОСТ 19522—74)

Пункт 3.6. Наименование дополнить абзацем: «Метод применяется в интервале значений массовой доли железа (Fe^{3+}) от 0,01 до 0,1 %».

Пункт 3.7. Наименование дополнить абзацем: «Метод применяется в интервале значений массовой доли нелетучих веществ от 0,04 до 0,25 %».

Пункт 3.7.1. Заменить ссылку: ГОСТ 3767—73 на ТУ 6—14—10—151—86.

Пункт 3.8. Наименование дополнить абзацем: «Метод применяется в интервале значений массовой доли нерастворимых веществ от 0,2 до 0,1 %».

Пункт 3.8.1. Исключить ссылку: ГОСТ 4111—74.

Пункт 3.9. Наименование дополнить абзацем: «Метод применяется в интервале значений массовой доли веществ, окисляемых йодом, от 0,03 до 0,15 %».

Пункты 4.1, 4.6 изложить в новой редакции: «4.1. Технический роданистый аммоний упаковывают в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78, затем вкладывают в бумажные четырехслойные битумированные или ламинированные полиэтиленом мешки по ГОСТ 2226—88.

Масса роданистого аммония с упаковкой должна быть не более 40 кг.

Полиэтиленовые мешки должны быть запаяны, а бумажные — прошиты машинным способом.

4.6. Упакованный технический роданистый аммоний должен транспортироваться пакетами по ГОСТ ~~26663~~—85. Допускается по согласованию с потребителем транспортирование упакованного в мешки роданистого аммония в непакетированном виде. Погрузка (разгрузка) мешков непакетированного роданистого аммония осуществляется у поставщика (потребителя) с помощью транспортера».

(ИУС № 7 1991 г.)

Редактор *Н. П. Шукина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *С. И. Ковалева*

Сдано в наб. 07.12.86 Подп. в печ. 25.03.87 1,25 усл. п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 1,03 уч.-изд. л.
Тираж 4000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 5547.