# ГОСТ 10873-73 Аммоний сернокислый (сульфат аммония) очищенный. Технические условия (с Изменениями N 1, 2, 3)

ГОСТ 10873-73

Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

АММОНИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ (СУЛЬФАТ АММОНИЯ) ОЧИЩЕННЫЙ

Технические условия

Refined ammonium sulphate. Specifications

ОКП 21 4116 0100

Срок действия с 01.01.75
до 01.01.95\*
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Ограничение срока действия снято
по протоколу N 4-93 Межгосударственного Совета
по стандартизации, метрологии и сертификации
(ИУС N 4, 1994 год). - Примечание "КОДЕКС".

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.И.Дергунов, 3.Ф.Тимошенко, В.А.Проворова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29.03.73 N 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 |
| ГОСТ 6709-72 | 3.3.1, 3.5.1, 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 7328-82 | 3.3.1, 3.4.1a, 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 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 N 2273

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1991 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1978 г., октябре 1983 г., июне 1989 г. (ИУС 2-79, 1-84, 11-89).

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: (NH)SO.

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

(Измененная редакция, Изм. N 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. N 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, %, не более | 0,001 |
| 11. Содержание веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий, см раствора (1/5 KMnO)=0,002 моль/дм (0,01 н. 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 изготовляться с массовой долей железа не более 0,015%.

2. По требованию потребителя сернокислый аммоний должен изготовляться с массовой долей марганца не более 0,00005%, фосфатов (PO) не более 0,02%.

(Измененная редакция, Изм. N 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. N 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. N 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. N 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  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: наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы.

(Измененная редакция, Изм. N 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 1625-89, раствор с массовой долей 25%;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, растворы (NaOH)=0,5 моль/дм и (NaOH)=0,1 моль/дм (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;

бюретка 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\*.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 7328-2001, здесь и далее по тексту. - Примечание "КОДЕКС".

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 см, 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 см в колбу вместимостью 250 см, нейтрализуют раствором (NaOH)=0,1 моль/дм (0,1 н. раствором) с индикатором метиловым красным, прибавляют 25 см раствора формалина, нейтрализованного непосредственно перед применением раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина. Выделившуюся свободную серную кислоту титруют раствором (NaOH)=0,5 моль/дм (0,5 н. раствором) в присутствии фенолфталеина до появления устойчивой в течение 1-1,5 мин розовой окраск

и.

3.3.3. Обработка результатов

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

,

где  - объем раствора точно (NaOH)=0,5 моль/дм (0,5 н. раствора), израсходованный на титрование сульфата аммония, см;

0,03303 - масса сульфата аммония, соответствующая 1 см раствора точно (NaOH)=0,5 моль/дм (0,5 н. раствора), г;

 - масса навески сульфата аммония, г;

 - 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 =0,95.

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

212.

3.3.1-3.3.3. (Измененная редакция, Изм. N 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 °С.

(Введен дополнительно, Изм. N 3).

3.4.1. Проведение анализа

Около 5 г сульфата аммония взвешивают в стеклянной бюксе диаметром 50-60 мм (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и сушат в сушильном шкафу при 100-110 °С до постоянной массы. Бюксу 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 бюксе диаметром 50-60 мм (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и сушат в сушильном шкафу при 150-160 °С в течение 10 мин. Бюксу охлаждают в эксикаторе и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.4.2. Обработка результатов

Массовую долю воды () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески сульфата аммония, г;

 - 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 =0,95.

При разногласиях в оценке массовой доли воды анализ проводят высушиванием при 100-110 °С.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.5. Определение массовой доли свободной серной кислоты

3.5.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор (NaOH)=0,1 моль/дм (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;

бюретка 1(2)-2-5(10) по ГОСТ 20292-74;

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

3.5.2. Проведение анализа

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

3.5.3. Обработка результатов

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

,

где  - объем раствора точно (NaOH)=0,1 моль/дм (0,1 н. раствор), израсходованный на титрование сульфата аммония, см;

0,0049 - масса серной кислоты, соответствующая 1 см раствора точно (NaOH)=0,1 моль/дм (0,1 н. раствор), г;

 - 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 =0,95.

(Измененная редакция, Изм. N 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 (AgNO)=0,1 моль/дм (0,1 н. раствор);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

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

1 см раствора содержит 1 мг хлор-иона (раствор );

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

1 см раствора  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. N 2

, 3).

3.6.2. Проведение анализа

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

В другой стакан с таким же внутренним диаметром, как и первый, вместимостью 150 смвносят 2 см раствора , содержащего хлор-ион, 2 см раствора азотнокислого серебра, 2 см раствора азотной кислоты и 100 см 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.

N 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-водная по ГОСТ 4478-78, ч., раствор с массовой долей 10%;

раствор, содержащий ион железа (Fe), готовят по ГОСТ 4212-76; 1 см раствора содержит 1 мг железа (раствор );

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

1 см раствора  содержит 0,01 мг железа;

кюветы для фотоэлектроколориметра с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм;

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

бюретка 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. N 2,

3).

3.7.2. Построение градуировочного графика

Готовят образцовые растворы:

в шесть мерных колб вместимостью 50 см каждая вносят 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 смраствора .

В каждую колбу добавляют по 2,5 см воды, по 1 см раствора соляной кислоты, по 2 смраствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают и прибавляют по 5 см 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. N 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 см, доводят до метки водой и перемешивают. 10 см полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 см, прибавляют 1 см раствора соляной кислоты, 2 см раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают и прибавляют 5 см 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 вычисляют поправку на массовую долю железа в применяемых реактивах. По градуировочному графику находят массу железа в анализируемом растворе.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.7.4. Обработка результатов

Массовую долю железа в () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса, железа, найденная по градуировочному графику, мг;

 - 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 =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 проводят фотколориметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. N 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-вводное, 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); готовят по ГОСТ 4212-76, 1 см раствора содержит 1 мг мышьяка (раствор );

1 см раствора  помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор );

1 см раствора  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, бромнортутная или хлорнортутная, 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, Изм. N 2,

3).

3.8.2. Проведение анализа

Для определения мышьяка пользуются прибором, изображенным на чертеже и состоящим из банки 3 вместимостью 30-40 см, 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 см воды, 2-3 капли раствора двухлористого олова, 1,5 см 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, двухлористого олова, серной кислоты, металлического цинка и 2 см раствора  - 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 прибор с образцовым раствором.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 3).

3.9. Определение массовой доли марганца

3.9.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, ч.д.а.; раствор (AgNO)=0,1 моль/дм (0,1 н. раствор);

аммоний надсернокислый (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); 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 дм, растворяют в дистиллированной воде, перегнанной в присутствии марганцовокислого калия, затем доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают (раствор ), 1 см раствора содержит 1 мг марганца;

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

1 см раствора  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. N 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 навеску 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 см серной кислоты, выпаривают и снова прокаливают.

По охлаждении в чашку приливают 10 см воды и 1,5 см 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 см. По охлаждении содержимое стакана переносят в пробирку для колориметрирования с меткой на 20 см, обмывая стенки стакана таким количеством воды, чтобы общий объем не превышал 20 см. Сюда же прибавляют 1 смортофосфорной кислоты, 1 см раствора азотнокислого серебра и 0,5-1 г персульфата аммония, взбалтывают 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 см раствора .

(Измененная ре

дакция, Изм. N 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 °С.

(Измененная редакция, Изм. N 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 см 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 SO (проба с раствором хлористого бария).

Фильтр с нерастворимым остатком сушат в сушильном шкафу при 100-105 °С 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 () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески сульфата аммония, г;

 - 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 =0,95.

3.10.2; 3.10.3. (Измененная редакция, Изм. N 3).

3.11. Определение массовой доли нитратов и нитритов в пересчете на NO

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 смсерной кислоты при нагревании на водяной бане. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см, содержащую 150 см воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают - раствор 1 (1:40);

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

20 см раствора 2 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см 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); готовят по ГОСТ 4212-76, 1 см раствора содержит 1 мг нитратов (раствор );

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

1 см раствора  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. N 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 см, прибавляют 2 смраствора хлористого натрия, 1 см раствора индиго, 10 cм серной кислоты и перемешивают до растворения продукта.

По истечении 10 мин прибавляют 25 см 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 см раствора , 2 см раствора хлористого натрия, 1 см раствора индиго и 10 см серной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. N

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 (1/5 KMnO)=0,002 моль/дм(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;

бюретка 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 см воды и прибавляют 5 см раствора серной кислоты.

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

Одновременно проводят контрольный опыт. В 150 см воды добавляют 5 см раствора серной кислоты, нагревают до 60-70 °С 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 см раствора марганцовокислого калия.

3.12.1, 3.12.2. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.13. 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/см;

натрий сернокислый кристаллический по ГОСТ 4171-76;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

раствор, содержащий роданиды (CNS), готовят по ГОСТ 4212-76, 1 см раствора содержит 1 мг роданидов (раствор );

10 см раствора  помещают в мерную колбу вместимостью 100 см, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор );

1 см раствора  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. N

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 см воды в пробирке или цилиндре. После растворения прибавляют 10 см воды, 0,5 см раствора железоаммонийных квасцов и 0,5 смраствора 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 см раствора , 6 г сернокислого натрия, 0,5 см раствора серной кислоты и 0,5 см раствора железоаммонийных квасцов.

(Измененная редакция, Изм. N 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 см раствора содержит 1 мг свинца (раствор ); 1 см раствора  помещают в мерную колбу вместимостью 100 см, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор ); 1 см раствора 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. N 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 см из бесцветного стекла и растворяют в 20 см воды. К раствору добавляют при перемешивании 1 см раствора калий-натрия виннокислого, 1 см раствора гидроокиси калия и 1,5 см 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 см раствора , 1 см раствора гидроокиси калия, 1 см раствора калий-натрия виннокислого и 1,5 см раствора тиоацетамида.

(Измененная редакция, Изм. N

3).

3.15. Определение массовой доли фосфатов

3.15.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

кислота азотная по ГОСТ 4461-77, х.ч., раствор (HNO)=5 моль/дм (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 см воды при нагревании и помешивании. Затем прибавляют при перемешивании 20 см раствора азотной кислоты. После охлаждения раствор разбавляют водой до 1 дм и перемешивают;

раствор, содержащий фосфаты (PO); готовят по ГОСТ 4212-76, 1 см раствора содержит 1 мг фосфатов (раствор );

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

1 см раствора  содержит 0,01 мг фосфатов (PO);

цилиндры 1(3)-25, 1(3)-250, 1(3)-5, 1(3)-10 по ГОСТ 1770-74;

пипетки 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

. N 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 см и растворяют в воде. Объем раствора доводят до метки водой и перемешивают. 10 см приготовленного раствора переводят в коническую колбу вместимостью 50 см, приливают 5 см воды, 5 см раствора азотной кислоты, 2,5 см раствора мета-ванадиевокислого аммония, 2,5 см раствора молибденовокислого аммония и перемешивают.

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

(Измененная редакция, Изм.

N 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 °С.

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 см, предварительно доведенной до постоянной массы (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) при температуре около 600 °С. Тигель с навеской слабо нагревают, затем остаток осторожно прокаливают до постоянной массы при температуре около 600 °С.

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. N 3).

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

(Измененная редакция, Изм. N 3).

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

(Введен дополнительно, Изм. N 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. N 1, 2, 3).

4.2. Масса нетто 40 кг. Допускаемые отклонения от номинальной величины ±0,5 кг.

4.3. Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192-77\* с нанесением манипуляционного знака "Боится сырости", а также следующих данных, характеризующих продукцию:
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Действует ГОСТ 14192-96. - Примечание "КОДЕКС".

а) наименования продукта;

б) номера партии;

в) даты выработки;

г) (Исключен, Изм. N 3).

д) обозначения настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. N 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 правилам перевозки грузов, утвержденных соответствующими ведомствами.

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

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

4.5. (Исключен, Изм. N 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. N 2).

## 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

(Измененная редакция, Изм. N 3).

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

(Измененная редакция, Изм. N 2).

## 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

6.2. При нагревании выше 100 °С сульфат аммония разлагается, превращаясь в кислую соль. При 513 °С 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. N 3).