



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ
АММОНИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 3769—78

Издание официальное

БЗ 3—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**Реактивы****АММОНИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ****ГОСТ****Технические условия****3769—78**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. Сернистый 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 серноокисло-го 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-Б2 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 гидроксида 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 гидроксида натрия концентрации 0,5 моль/дм³ до розовой окраски раствора.

4.2.3. *Обработка результатов*

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

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

где V — объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;
0,03303 — масса сернокислого аммония, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида 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 допускаемое расхождение, равное 30 %.

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

4.4. Определение массовой доли остатка после прокаливании

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

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

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

Остаток после прокаливании 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 фототурбодиметрическим 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 гидроокись 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 гидроокиси 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 гидроокиси 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 Са,

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

1 см³ раствора гидроокиси 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 гидроокись 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 гидроокиси 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 серноокислой или серноокислой 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 серноокислой 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 иономере 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 сернистого 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.
Пар № 080102