ГОСТ 29336—92
(ИСО 2993—74)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СУЛЬФАТ АММОНИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВОБОДНОЙ КИСЛОТЫ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 631.841.1:543.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СУЛЬФАТ АММОНИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Титриметрический метод определения содержания свободной кислоты

ГОСТ 29336—92

(ИСО 2993—74)

Ammonium sulphate for industrial use.
Determination of free acid content. Titrimetric method

МКС 71.060.50
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения содержания свободной кислоты, присутствующей в техническом сульфате аммония.

Метод распространяется на продукты, содержащие свободную кислоту, выраженную в виде H_2SO_4, в количестве, равном или превышающем 0,01 % (по массе).

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на титровании свободной кислоты в пробе для анализа титрованным раствором гидрата окиси натрия в присутствии индикатора.

2. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И АППАРАТУРА

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты, нейтральная по отношению к индикатору.

Добавляют несколько капель раствора индикатора к 1000 мл воды и в случае необходимости доводят pH до 5,2—5,6, добавляя раствор гидрата окиси натрия или раствор соляной кислоты.

Гидрат окиси натрия, 0,1 н. титрованный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., раствор с массовой долей 40 % и молярной концентрацией с (NaOH) = 0,1 моль/дм^3.

Калий фталевокислый по ТУ 6—09—5169, ч. д. а., или кислота янтарная по ГОСТ 6341, х. ч., перекристаллизованные по ГОСТ 4919.2.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, ч. д. а., спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.

Соляная кислота по ГОСТ 3118, х. ч., раствор с массовой долей 40 %, молярной концентрации с (HCl) = 0,1 моль/дм^3.

Метиловый красный, индикатор, раствор с массовой долей 10 % или другой индикатор с таким же интервалом перехода окраски (pH 5,2—5,6).

Допускается использование смешанного индикатора pH 5,4, приготовленного по ГОСТ 4919.1 из спиртового раствора метилового красного по ТУ 6—09—5169, ч. д. а., с массовой долей 0,2 % и спиртового раствора метиленового голубого по ТУ 6—09—29—76, ч. д. а., с массовой долей 0,1 %, приготовленного при слабом нагревании.

Обычная лабораторная аппаратура.

Стакан В-1—1000-ТС по ГОСТ 25336.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1992
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Колба 2—250—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка 3—2—25—01 по НТД.

Весы лабораторные общего назначения ВЛР-200 по ГОСТ 24104 или весы другого типа не ниже второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$ г.*

Термометр типа 4-Б-2 по ГОСТ 28498.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» по ТУ 6—09—1678.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Проба для анализа

Около 100 г образца для испытания взвешивают с точностью до 0,1 г.

3.2. Приготовление раствора для испытания

Пробу для анализа помещают в химический стакан вместимостью 1000 мл и растворяют ее в 500 мл воды, поддерживая температуру в пределах 20—25 °С. Если раствор мутный, его фильтруют через бумажный фильтр средней плотности. Промывают стакан и фильтр, собирая фильтрат и промывные воды в колбу соответствующей вместимости.

3.3. Титрование

К испытуемому раствору добавляют 3—5 капель раствора индикатора и титруют титрованным раствором гидрата окиси натрия до изменения красно-лилового цвета индикатора на ярко-зеленый.

Примечание. Титрование можно также осуществлять с помощью pH-метра.

3.4. Определение поправочного коэффициента к молярной концентрации раствора гидроокиси натрия

При определении поправочного коэффициента к молярной концентрации раствора гидроокиси натрия с (NaOH) = 0,1 моль/дм³ 0,25 г янтарной кислоты или 0,5 г кислого фталевокислого калия (результат измерения записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 50 см³ дистиллированной воды. Раствор янтарной кислоты нагревают до кипения. Затем добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Действительную молярную концентрацию раствора гидроокиси натрия (c_0) рассчитывают по формуле

$$c_0 = \frac{m_0 \cdot 1000}{M \cdot V_0},$$

где m_0 — масса навески установочного вещества, г;

M — молярная масса эквивалента установочного вещества, г/моль;

V_0 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование навески, см³.

Поправочный коэффициент K рассчитывают по формуле

$$K = \frac{c_0}{0{,}1},$$

где 0,1 — номинальная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм³.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Свободную кислоту, выраженную в процентах по массе серной кислоты (H_2SO_4), (X) определяют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0049}{m_0} \cdot 100 \approx \frac{0{,}49 \cdot V}{m_0},$$

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

где m_0 — масса пробы для анализа, г;

V — объем титрованного раствора гидрата окиси натрия, израсходованного на титрование, мл;

0,0049 — масса серной кислоты, соответствующая 1 мл 0,1 н. титрованного раствора гидрата окиси натрия, г.

4.2. Свободную кислоту, выраженную в процентах по массе серной кислоты (H_2SO_4), (X) определяют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}0049}{m_0} \cdot 100 = \frac{0{,}49 \cdot V \cdot K}{m_0},$$

где m_0 — масса пробы для анализа, г;

V — объем титрованного раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование, см^3;

K — поправочный коэффициент к молярной концентрации раствора гидроокиси натрия;

0,0049 — масса серной кислоты, соответствующая 1 см^3 0,1 н. титрованного раствора гидроокиси натрия, г.

Время проведения анализа — 15 мин.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата измерения ±1,7 % при доверительной вероятности 0,95 (для массовой доли свободной кислоты 0,1 %).

Оперативный контроль осуществляют по расхождению между результатами параллельных наблюдений.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных наблюдений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,004 %, при доверительной вероятности 0,95 (для массовых долей свободной кислоты 0,050—0,100 %).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** Государственным научно-исследовательским и проектным институтом азотной промышленности и продуктов органического синтеза

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта от 30.03.92 № 333

   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 2993—74 «Сульфат аммония технический. Титриметрический метод определения содержания свободной кислоты» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4919.1—77	2
ГОСТ 4919.2—77	2
ГОСТ 6341—75	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 28498—90	2
ТУ 6—09—29—76	2
ТУ 6—09—1678—77	2
ТУ 6—09—5169—84	2
ТУ 6—09—5360—88	2

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ.** Апрель 2003 г.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 24.04.2003. Подписано в печать 15.05.2003. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,40.
Тираж 86 экз. С 10601. Зак. 130.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru