19522-74
Изм. 1,2,3

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

АММОНИЙ РОДАНИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 19522—74

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.528(083.74) Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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 изготовляться 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, июле 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 $c\left(\frac{1}{2}Hg(NO_3)_2\right)=0{,}1$ 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 концентра-

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 железоаммонийных 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 $c\left(\frac{1}{2}Hg(NO_3)_2\right)=0{,}1$ 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 железоаммонийных 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 ($\frac{1}{2}$Hg $(NO_3)_2$ = 0,1 моль/дм³; израсходованный на титрование, см³;

m — навеска продукта, г;

0,007611 — количество роданистого аммония, соответствующее 1 см³ раствора окисной азотнокислой ртути, концентрации точно c ($\frac{1}{2}$Hg $(NO_3)_2$ = 0,1 моль/дм³, 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 г/см³;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77, насыщенный раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации точно c ($AgNO_3$) = 0,01 моль/дм³;

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 г/см³;

раствор хлористого натрия концентрации точно c (NaCl) = = 0,01 моль/дм³, 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 см³ воды, затем прибавляют 3 см³ насыщенного раствора азотнокислого калия и кипятят до полного растворения агар-агара;

бюретка по ГОСТ 20292—74, исполнения 1—5, вместимостью 25 см³;

колбы по ГОСТ 1770—74, исполнения 2, с пришлифованной пробкой, вместимостью 100 см³;

пипетки по ГОСТ 20292—74, исполнения 2, вместимостью 10 см³;

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

цилиндры измерительные по ГОСТ 1770—74 с носиком, вместимостью 50 см³;

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 потенциометрическое 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, сответствующее 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 гидразин 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 $(\frac{1}{2}ZnCl_2)=0{,}1$ 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 (c) 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 c $(\frac{1}{2}C_{10}H_{14}N_2Na_2\cdot 2H_2O)=0{,}1$ 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 c $(\frac{1}{2}BaCl_2\cdot 2H_2O)=0{,}1$ 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 $c\ (\frac{1}{2}MgCl_2) = 0{,}1$ 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, приливают 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, см³;

V_1 — объем раствора концентрации точно c ($\frac{1}{2}C_{10}H_{14}N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_2 — объем раствора концентрации точно c ($\frac{1}{2}C_{10}H_{14}N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

m — навеска анализируемого роданистого аммония, г;

0,0048 — количество ионов SO_4^{2-}, соответствующее 1 см³ раствора концентрации точно c ($\frac{1}{2}BaCl_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм³, 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/см³;

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

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., концентрированная и раствор массовой концентрации 0,1 г/см³;

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 см³ воды, подкисленной 5—6 каплями концентрированной серной кислоты. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор А содержит 1 мг/см³ ионов железа.

Раствор Б, готовят следующим образом: 5 см³ раствора А пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, прибавляют 50 см³ воды, подкисленной 5 см³ 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;

фотоколориметр 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 Fe^{3+} (X_3) 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 пришлифованной 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°С 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 $c\left(\frac{1}{2} I_2\right) = 0{,}01$ 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 S^{2-} (X_5) в процентах, вычисляют по формуле

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

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

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

m — масса навески анализируемой пробы, г;

0,00016 — масса серы, соответствующая 1 см³ точно $c\left[\left(\frac{1}{2}J_2\right)\right]=0,01$ 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 «Боится 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 0.1 0.1 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 3.1*а* 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. Щукина*
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.

gost.e-ecolog.ru