ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

АММОНИЙ АЗОТНОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 22867—77

Издание официальное

БЗ 11—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.39'175—41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

АММОНИЙ АЗОТНОКИСЛЫЙ

Технические условия

ГОСТ 22867—77

Reagents. Ammonium nitrate. Specifications

ОКП 26 2116 0020 06

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на азотнокислый аммоний, представляющий собой кристаллический порошок, хорошо растворимый в воде и спирте; гигроскопичен, способен слеживаться.

Формула NH_4NO_3.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 80,04.

Допускается изготовление азотнокислого аммония по ИСО 6353-3—87 (Р. 44) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353-1—82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Азотнокислый аммоний должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

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

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с Изменениями

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый х.ч. ОКП 26 2116 0023 03	Чистый для анализа ч.д.а. ОКП 26 2116 0022 04	Чистый ч. ОКП 26 2116 0021 05
1. Массовая доля азотнокислого аммония (NH_4NO_3), %, не менее	99,0	99,0	98,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,001	0,005	0,010
3. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,01	0,02	0,05
4. Массовая доля нитритов (NO_2), %, не более	0,0001	0,0001	0,0005
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,004	0,005
6. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005	0,0005	0,0010
7. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0002	0,0005	0,0020
8. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0001	0,0005
9. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,002	0,005	Не нормируется
10. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,001	0,001	Не нормируется
11. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00001	Не нормируется	
12. Массовая доля тяжелых металлов, (Pb), %, не более	0,0001	0,0002	0,0005
13. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	4,5—6,0	4,5—6,0	4,5—6,0

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю фосфатов, магния и мышьяка изготовитель определяет в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

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

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 600 г.

3.1а, 3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2. Определение массовой доли азотнокислого аммония

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1(2)—2—50—0,1 по НТД.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328; раствор молярной концентрации c (NaOH)=0,5 моль/дм^3 (0,5 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 1:1, нейтральный; готовят по ГОСТ 4517.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 1,0000 г препарата помещают в колбу, растворяют в 40 см^3 воды, прибавляют 25 см^3 раствора формалина, 2—3 капли раствора фенолфталеина, подогревают содержимое колбы до 40—45 °С и, не охлаждая, титруют при энергичном перемешивании раствором гидроокиси натрия; в конце титрование проводят медленно по каплям до появления розовой окраски раствора.

3.2.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{V \cdot 0{,}04002 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески препарата, г;

0,04002 — масса азотнокислого аммония, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,5 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,5 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.2.2, 3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336.

Стакан Н-1—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—250—2 по ГОСТ 1770.

3.3.2. *Проведение анализа*

100,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 200 см^3 воды. Стакан с содержимым накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см^3 горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

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

для препарата химически чистый — 1 мг,

для препарата чистый для анализа — 5 мг,

для препарата чистый — 10 мг.

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

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 27184 при 600—700 °С из навески 20,00 г с предварительным нагреванием до удаления основной массы препарата.

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

Остаток сохраняют для определения кальция, как указано в п. 3.11.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Определение массовой доли нитритов

Определение проводят по ГОСТ 10671.3. При этом 1,00 г препарата помещают в цилиндр, растворяют в 40 см^3 воды и далее определение проводят визуально-колориметрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,001 мг NO_2,

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг NO_2,

для препарата чистый — 0,005 мг NO_2

и 1 см^3 реактива Грисса.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6—3.6.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

3.7. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,00 г препарата помещают в выпарительную чашку 2 (ГОСТ 9147), прибавляют 0,5 см^3 раствора углекислого натрия (ГОСТ 83) с массовой долей 1 % и выпаривают на песчаной бане досуха. После охлаждения к остатку прибавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты и содержимое чашки смывают 25 см^3 воды в коническую колбу вместимостью 100 см^3.

Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой. Далее определение проводят фототурбидиметричеким или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,02 мг,
для препарата чистый для анализа — 0,04 мг,
для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов определение проводят фототурбидиметрическим методом.

3.8. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, растворяют в 15 см³ воды и проводят определение фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса фосфатов не будет превышать:
для препарата химически чистый — 0,01 мг,
для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,
для препарата чистый — 0,02 мг.

Допускается проводить определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов определение проводят фотометрически.

3.9. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 30 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим (в объеме 40 см³) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:
для препарата химически чистый — 0,010 мг.
для препарата чистый для анализа — 0,025 мг.
для препарата чистый — 0,100 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов определение проводят фототурбидиметрическим методом.

3.10. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 5,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и проводят определение сульфосалициловым методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,005 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,

для препарата чистый 0,025 мг.

Допускается заканчивать определение визуально в объеме 28 $см^3$.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически.

3.7—3.10. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.11. Определение массовой доли кальция (химический метод)

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.11.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 4(5)—2—2, 6—2—10 по НТД.

Пробирка П1-14—120 ХС по ГОСТ 25336 с меткой на 5 $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага индикаторная универсальная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %.

Мурексид, раствор с массовой долей 0,05 %; годен в течение 2 сут.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH)=1 моль/$дм^3$ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор, содержащий Са, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/$см^3$ Са.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.11.2. *Проведение анализа*

Остаток, полученный по п. 3.4, растворяют при нагревании на водяной бане в 1 $см^3$ раствора соляной кислоты и 10 $см^3$ воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор А). Раствор сохраняют для определения магния по п. 3.12.

2 $см^3$ раствора А (соответствуют 0,4 г препарата) помещают в пробирку, осторожно по каплям нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по универсальной индикаторной бумаге до pH=7 (проба на вынос), прибавляют 1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, перемешивают, прибавляют 1 $см^3$ раствора мурексида, доводят объем раствора водой до 5 $см^3$ 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 — 0,008 мг Са,

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг Са,

1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и 1 $см^3$ раствора мурексида.

3.12. Определение массовой доли магния (химический метод)

3.11.2, 3.12. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.12.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—50—18 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 4(5)—2—1(2), 6—2—10 по НТД.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %.

Раствор, содержащий Mg, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/$см^3$ Mg.

Титановый желтый индикатор, раствор с массовой долей 0,05 %, свежеприготовленный.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.12.2. *Проведение анализа*

2,5 $см^3$ раствора А, полученного по п. 3.11.2 (соответствуют 0,5 г препарата), помещают в коническую колбу, прибавляют 0,2 $см^3$ раствора титанового желтого, 2 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, доводят объем раствора водой до 10 $см^3$ 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 раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый и чистый для анализа — 0,005 мг Mg, 0,2 $см^3$ раствора титанового желтого и 2 $см^3$ раствора гидроокиси натрия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.12а. Определение массовой доли кальция и магния (атомно-абсорбционный метод)

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.12а.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Атомно-абсорбционный спектрофотометр «Сатурн» или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Лампы с полым катодом на Са и Mg.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 6—2—5 по НТД.

Аммоний азотнокислый с известным содержанием определяемых примесей, учитываемый при построении градуировочного графика, или ос.ч. 4—3.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Растворы массовой концентрации 1 мг/см^3 Са и Mg; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см^3 Са (раствор I) и 0,01 мг/см^3 Mg (раствор II).

Все растворы и воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.12а.2. *Приготовление анализируемых растворов*

Для определения Са 5,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Для определения Mg 1,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.12а.3. *Приготовление растворов сравнения*

Для определения Са в пять мерных колб помещают по 5,00 г препарата, растворяют в воде и добавляют указанные в табл. 2 объемы раствора I. Объемы растворов доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора I, см^3	Масса примеси Са в 100 см^3 раствора сравнения, мг	Массовая доля примеси Са в пересчете на препарат, %
1	—	—	—
2	0,5	0,05	0,001
3	1	0,1	0,002
4	2,5	0,25	0,005
5	5	0,5	0,01

Для определения Mg в три мерные колбы помещают указанные в табл. 3 объемы раствора II, доводят объемы растворов водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора II, $см^3$	Масса примеси Mg в 100 $см^3$ раствора сравнения, мг	Массовая доля примеси Mg в пересчете на препарат, %
1	0,5	0,005	0,0005
2	1	0,01	0,001
3	2	0,02	0,002

3.12а.4. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в ацетиленовом пламени, используя аналитические линии Ca — 422,7 нм и Mg — 285,2 нм.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее арифметическое результатов трех измерений для каждого раствора. После каждого измерения распыляют воду.

3.12а.5. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значение атомного поглощения на оси ординат, массовые доли кальция и магния в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности P=0,95.

3.12а.2—3.12а.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3.13. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485. При этом 5,00 г препарата помещают в выпарительную чашку *3* (ГОСТ 9147), растворяют в 20 $см^3$ воды, прибавляют 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты (ГОСТ 4461) и выпаривают на водяной бане досуха. Затем осторожно

нагревают на электрической плитке или газовой горелке до улетучивания соли. После охлаждения остаток растворяют в 3 см³ раствора углекислого натрия (ГОСТ 83) с массовой долей 10 %, нагревая на водяной бане. Полученный раствор переносят в колбу прибора для определения мышьяка, смывают чашку 30 см³ воды и далее определение проводят методом с применением бромнортутной бумаги, в сернокислой 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 — 0,0005 мг As,

3 см³ раствора углекислого натрия, 20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II) и 5 г цинка.

(Измененная редакция, Изм.№ 2).

3.14. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 5,30 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 15 см³ воды, выдерживают раствор до комнатной температуры и далее определение проводят тиоацетамидным методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме 0,3 г препарата и

для препарата химически чистый — 0,005 мг Pb,

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Pb,

для препарата чистый — 0,025 мг Pb,

1 см³ раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, 2 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ раствора тиоацетамида.

3.15. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336), растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с допускаемой основной погрешностью ±0,05 pH.

3.14, 3.15. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.15.1, 3.15.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2—4, 11—1 и 11—6;

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Беречь от нагрева» и «Беречь от влаги» и знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5113); серийный номер ООН 1942.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Препарат транспортируют в чистых крытых железнодорожных вагонах, закрытых палубных судах и крытых автомашинах в соответствии с правилами перевозок опасных грузов, установленными на данном виде транспорта.

Перед погрузкой азотнокислого аммония транспорт должен быть тщательно очищен от остатков предыдущих грузов.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых сухих вентилируемых складских помещениях отдельно от других веществ, вдали от источников тепла.

Не допускается хранение совместно с легковоспламеняющимися веществами, горючими материалами и органическими веществами и окислителями, а также вблизи источников тепла.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — 2 года со дня изготовления.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Азотнокислый аммоний — горючее взрывоопасное вещество является окислителем. При температуре 210 °С разлагается. Температура самовоспламенения 350 °С. Нижний концентрационный предел распространения пламени (воспламенения) — 175 г/см^3. Склонен к

тепловому и химическому (при контакте с суперфосфатом и горючими материалами) самовозгоранию. Значительно интенсифицирует горение различных веществ. В чистом виде и в смеси с различными веществами, особенно горючими, при загорании способен взрываться.

6.2. Загоревшийся азотнокислый аммоний тушат большим количеством воды с максимально возможного расстояния. Все занимающиеся тушением должны быть обеспечены противогазами марки В. Помещение при этом должно быть обеспечено максимальной вентиляцией.

6.1, 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6.3. Азотнокислый аммоний оказывает раздражающее действие на кожу; попадая в мелкие ранки или трещины, вызывает в них жгучую боль. Поэтому все работы с азотнокислым аммонием и его растворами необходимо проводить в резиновых перчатках.

6.4. Тару из-под азотнокислого аммония вторично использовать для упаковывания других продуктов не допускается.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353-3—87
Реактивы для химического анализа.
Часть 2. Технические условия. Первая серия

Р.44. Нитрат аммония
NH_4NO_3

Относительная молекулярная масса	—80,04

Р.44.1. *Техническое описание*

Массовая доля нитрата аммония (NH_4NO_3), %, не менее	99
Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,01
pH раствора с массовой долей 5 %	4,5—6,0
Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,003
Массовая доля хлоридов, (Cl), %, не более	0,0005
Массовая доля нитритов (NO_2), %, не более	0,0005
Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,001
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005
Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005

Р.44.2. *Приготовление испытуемого раствора*

Растворяют 20 г образца в 100 см^3 воды (раствор должен быть прозрачным и бесцветным) и разбавляют водой до 200 см^3.

Р.44.3. Проведение анализа

Р.44.3.1. *Определение массовой доли нитрата аммония*

Взвешивают 3 г образца с точностью до четвертого десятичного знака и растворяют в 50 см^3 воды. К полученному раствору прибавляют 20 см^3 раствора формальдегида, предварительно смешанного с 20 см^3 воды и нейтрализованного титрованным раствором гидроокиси натрия, *c* (NaOH)=1 моль/дм^3, по раствору фенолфталеина (0,2 см^3). Перемешивают, выдерживают 30 мин, а затем титруют раствором гидроокиси натрия *c* (NaOH)=1 моль/дм^3, до розовой окраски, которая сохраняется в течение 5 мин.

1,00 см^3 раствора гидроокиси натрия, *c* (NaOH)=1,000 моль/дм^3, соответствует 0,8004 г нитрата аммония.

Р.44.3.2. *Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов*

Анализ проводят по ОМ 16* из навески 10 г. Масса остатка после прокаливания не должна превышать 1 мг. Остаток сохраняют для определения массовой доли железа по Р.44.3.9.

---

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82.

Р.44.3.3. *Определение pH раствора с массовой долей 5 %*

Анализ проводят по ОМ 33.1* с использованием стеклянного электрода.

Р.44.3.4. *Определение массовой доли кальция*

Анализ проводят атомно-абсорбционным методом по ОМ 29* при следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ca	10	Воздух-ацетилен	422,7

Р.44.3.5. *Определение массовой доли хлоридов*

Берут 20 см^3 испытуемого раствора (Р.44.2) и проводят анализ по ОМ 2*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см^3 хлоридного раствора сравнения II (1 см^3=0,0005 % Cl). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и перемешивают.

Р.44.3.6. *Определение массовой доли нитритов*

Растворяют 2 г образца в 10 см^3 воды, добавляют 1 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 10 % и 1 см^3 *m*-фенилендиаминдихлоргидрата с массовой долей 0,5 %.

Желто-коричневый цвет раствора не должен быть интенсивнее, чем окраска также приготовленного контрольного раствора с 1 см^3 нитритного раствора сравнения II (1 см^3=0,0005 % NO_2).

Примечание. Раствор *m*-фенилендиаминдихлоргидрата должен быть бесцветным, окрашенный раствор обесцвечивают с помощью активного угля.

Р.44.3.7. *Определение массовой доли фосфатов*

Берут 20 см^3 исследуемого раствора (Р.44.2) и проводят анализ по ОМ 4*

Готовят контрольный раствор, используя 2 см^3 фосфатного раствора сравнения II (2 см^3=0,001 % PO_4). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,43 г KH_2PO_4 растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и перемешивают.

Р.44.3.8. *Определение массовой доли сульфатов*

Растворяют 2 г образца в 10 см^3 теплой воды, добавляют 1 см^3 раствора карбоната натрия с массовой долей 1 %, осторожно проводят выпаривание и озоление до улетучивания нитрата аммония. К остатку добавляют 10 см^3 воды, 1 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 3,65 % и несколько капель бромной воды и кипятят в течение 1 мин. При необходимости раствор фильтруют, промывая фильтр водой. Раствор разбавляют водой до 20 см^3 и далее проводят анализ по ОМ 3*.

*Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см³ сульфатного раствора сравнения I (1 см³=0,002 % SO_4).

Раствор сравнения I готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:10. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,81 г K_2SO_4 растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.44.3.9. *Определение массовой доли железа*

Анализ проводят атомно-абсорбционным методом по ОМ 29* при следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора	Пламя	Резонансная линия, нм
Fe	Растворяют остаток после прокаливания (Р.44.3.2) в 3 см³ теплой соляной кислоты и разбавляют водой до 50 см³	Воздух-ацетилен	248,3

Р.44.3.10. *Определение массовой доли тяжелых металлов*

Берут 20 см³ испытуемого раствора (Р.44.2) и далее применяют ОМ 7*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см³ свинецсодержащего раствора сравнения II (1 см³=0,0005 % Pb). Раствор сравнения готовят непосредственно перед использованием разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,60 г $Pb(NO_3)_2$ растворяют в воде, добавляют 1 см³ HNO_3, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353-1—82
Реактивы для химического анализа. Часть 1 Общие методы испытаний

5.16. Определение остатка после прокаливания (ОМ 16)

Помещают указанную навеску в подходящий тигель или посуду, предварительно нагретую в печи, отрегулированной на температуру (650±50) °С в течение 15 мин, охлажденную и взвешенную с точностью до 0,1 мг. Нагревают, медленно поднимая температуру до тех пор, пока навеска не улетучится

*Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1.

полностью или не обуглится, избегая возгорания органических продуктов. Охлаждают, прибавляют 0,25 см^3 раствора серной кислоты к остатку и продолжают слабое нагревание до полного исчезновения паров серной кислоты. Затем нагревают посуду и остаток в печи, отрегулированной на температуру (650±50) °С, в течение 15 мин (если не оговорено иначе), охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Примечание. Может оказаться более удобным испарять и обугливать большие навески несколькими последовательными порциями.

5.31.1. *Определение pH (ОМ 31.1)*

5.31.1.1. *Общие положения*

Рассмотрим гальванический элемент: электрод сравнения — насыщенный раствор KCl — раствор R/Pt·H_2. Для буферных растворов R_1 и R_2 с известными значениями pH — соответственно pH_{R_1} и pH_{R_2}, измеренные значения разности потенциалов составляют соответственно E_1 и E_2.

Если раствор R в рассматриваемом гальваническом элементе заменить исследуемым раствором с неизвестным pH, то по различию измеренных значений потенциалов можно рассчитать pH исследуемого раствора.

Если все измерения проведены при одинаковых температурах и при неизменной концентрации хлорида калия, pH исследуемого раствора может быть рассчитан по следующим формулам:

$$\frac{E_1 - E_{ис}}{S} + pH_{R_1};$$

$$\frac{E_2 - E_{ис}}{S} + pH_{R_2};$$

$$S = \left(\frac{mV}{pH}\right) = \frac{E_1 - E_2}{pH_{R_1} - pH_{R_2}},$$

где $E_{ис}$ — электродвижущая сила гальванического элемента с исследуемым раствором;

S — угловой коэффициент.

5.31.1.2. *Аппаратура*

pH-метр со стеклянным (менее применим водородный) электродом, соединенным с милливольтметром с большим сопротивлением и со шкалой, откалиброванной в единицах pH. Такой прибор, регистрируя разность потенциалов между pH-чувствительным электродом (стеклянным, сурьмяным) и электродом сравнения, соединенным электрическим мостиком (например, насыщенный раствор KCl) дает возможность непосредственно считывать со шкалы pH.

5.31.1.3. *Калибровка*

pH-метр калибруют, используя растворы с известной активностью ионов водорода, такие как, например:

а) оксалатный буферный раствор;

б) тартратный буферный раствор;

в) фталатный буферный раствор;
г) фосфатный буферный раствор;
д) боратный буферный раствор;
е) буферный раствор гидроксида кальция.

В табл. 4 приведены значения pH перечисленных буферных растворов в интервале температур 15—35 °С.

Таблица 4

Температура, °С	pH буферного раствора					
	а	б	в	г	д	е
15	1,67	—	4,00	6,90	9,27	12,81
20	1,68	—	4,00	6,88	9,22	12,63
25	1,68	3,56	4,01	6,86	9,18	12,45
30	1,69	3,55	4,01	6,85	9,14	12,30
35	1,69	3,55	4,02	6,84	9,10	12,14

Р.31.1.4. *Методика измерения*

Готовят испытуемый раствор (кроме тех случаев, когда испытуемый раствор — непосредственно сам реактив) заданной концентрации, применяя воду, свободную от двуокиси углерода.

Одновременно готовят два буферных раствора, среднее значение которых примерно равно предполагаемому значению pH испытуемого раствора. Температуру всех трех растворов, а также ячейки прибора, устанавливают равной (25±1) °С.

Прибор калибруют с помощью двух буферных растворов, промывая измерительный электрод перед применением буферных растворов. Затем после промывания электрода водой и испытуемым раствором измеряют pH испытуемого раствора.

Для получения точных результатов необходимо повторить измерения с различными порциями испытуемого раствора без промывания электрода между последовательными измерениями до тех пор, пока значение pH не будет сохраняться постоянным по крайней мере в течение 1 мин.

5.29. Атомно-абсорбционная спектрометрия ААС (ОМ 29)

5.29.1. *Общие указания*

Испытуемый образец или его раствор всасывается в высокотемпературное пламя, создаваемое подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение, обеспечивающее испарение испытуемого образца и диссоциацию его молекул на атомы. Может быть использован прибор с беспламенным нагревом. Источник, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активизируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии возбуждения атомов испытуемого вещест-

ва. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорциональную их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

5.29.2. *Методика*

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с испытуемым образцом и с прибором, и множество влияющих факторов не позволяют дать подробных инструкций.

Выбор методики определяется требуемой степенью точности. Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников нагрева. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение обычно проводят, используя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленных азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется пользоваться методом добавок. Этот метод состоит в том, что определение осуществляется для серии (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) аликвот испытуемого раствора, к которым добавлены известные количества определяемого элемента.

Длины волн, соответствующие резонансным линиям, и другая специальная информация приводятся в описаниях, относящихся к определяемому конкретному реактиву.

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Подкисляют указанный объем раствора 1 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и прибавляют 1 $см^3$ азотнокислого серебра с массовой долей около 1,7 %. Через 2 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

5.4. Определение массовой доли фосфатов (ОМ 4)

К указанному объему испытуемого раствора добавляют 5 $см^3$ раствора молибдата аммония с массовой долей 10 %. Доводят pH раствора до 1,8 и нагревают раствор до кипения. Охлаждают, добавляют 12,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и экстрагируют 20 $см^3$ диэтилового эфира. Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и восстанавливают молибденофосфатный комплекс 0,2 $см^3$ раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 2 % в соляной кислоте. Сравнивают интенсивность окраски полученного органического слоя с интенсивностью окраски органического слоя, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.3. Определение массовой доли сульфата (ОМ3)

Смешивают 0,25 $см^3$ раствора сернокислого калия с массовой долей 0,02 % в этиловом спирте с объемной долей 30 % с 1 $см^3$ раствора дегидрата бария с массовой долей 25 % (затравочный раствор). Точно через 1 мин к этой смеси прибавляют указанный объем испытуемого раствора, который предварительно подкисляют 0,5 $см^3$ раствора соляной

кислоты с массовой долей 20 %. Через 5 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

5.7. Определение массовой доли тяжелых металлов (в виде Pb) (ОМ 7)

Прибавляют 0,2 см³ раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % к указанному объему испытуемого раствора и насыщают его сероводородом или используют подходящее количество сероводородной воды.

Сравнивают коричневый цвет испытуемого раствора и контрольного раствора.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.П. Чуб, Л.К. Хайдукова, В.К. Окунева, В.Н. Корецкая, Т.Г. Манова, Г.В. Грязнов, З.М. Ривина, Э.П. Кравчук, М.В. Перловская

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.77 № 3095**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 5.1624—72**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	3.7, 3.13
ГОСТ 1625—89	3.2.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.3.1, 3.5, 3.11.1, 3.12а.1
ГОСТ 3118—77	3.11.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4212—76	3.11.1, 3.12.1, 3.12а.1
ГОСТ 4328—77	3.2.1, 3.11.1, 3.12.1
ГОСТ 4461—77	3.13
ГОСТ 4517—87	3.2.1, 3.15
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1
ГОСТ 5457—75	3.12а.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.12а.1
ГОСТ 9147—80	3.7, 3.13
ГОСТ 10485—75	3.13
ГОСТ 10555—75	3.10
ГОСТ 10671.3—74	3.5
ГОСТ 10671.5—74	3.7
ГОСТ 10671.6—74	3.8
ГОСТ 10671.7—74	3.9
ГОСТ 14192—96	4.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 17319—76	3.14
ГОСТ 18300—87	3.2.1
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 24104—88	3.1а
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.15
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1, 3.11.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 27184—86	3.4
ИСО 6353-1—82	Вводная часть
ИСО 6353-3—87	Вводная часть

5. Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1988 г., феврале 1993 г. (ИУС 10—88, 8—93)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.06.97. Подписано в печать 17.07.97.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,37. Тираж 175 экз. С703. Зак. 508.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru