ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

АММОНИЙ ФТОРИСТЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4518—75

Издание официальное

БЗ 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 536.39'161—41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

АММОНИЙ ФТОРИСТЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4518—75

Reagents. Ammonium fluoride. Specifications

ОКП 26 2116 0880 03

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на фтористый аммоний, который представляет собой бесцветные кристаллы, легко растворимые в воде; разъедает стекло.

Формула NH_4F.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 37,04.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По физико-химическим показателям фтористый аммоний должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2116 0882 01	Чистый (ч.) ОКП 26 2116 0881 02
1. Массовая доля фтористого аммония (NH_4F), %, не менее	98,5	96,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,010
3. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,008	0,030
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,005
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,0010
6. Массовая доля кремния (Si), %, не более	0,01	0,02
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0030
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0010
9. Массовая доля кислого фтористого аммония ($NH_4F \cdot HF$), %, не более	1,0	3,0

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Фтористый аммоний по степени воздействия на организм человека относится к веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.005. Предельно допустимая концентрация его (в пересчете на F) в воздухе рабочей зоны производственных помещений 0,2 мг/м^3 — среднесменная и 1 мг/м^3 — максимально разовая. Фтористый аммоний вызывает острые и хронические отравления с поражением центральной нервной системы, желудочно-кишечного тракта, нарушает обмен веществ, раздражает слизистые оболочки глаз и кожу, верхние дыхательные пути.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2а.2. Определение предельно допустимой концентрации фтористого аммония в воздухе основано на поглощении фтористого водорода раствором ализаринкомплексоната лантана с последующим измерением оптической плотности образовавшегося тройного комплексного соединения синего цвета.

2а.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты, соблюдать правила личной гигиены, не допускать попадания препарата вовнутрь организма и на кожу.

2а.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией; в местах наибольшего пыления необходимо предусмотреть местные отсосы.

Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

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 165 г. Перед проведением анализа препарат растирают в агатовой ступке.

3.1а, 3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3.2. Определение массовой доли фтористого аммония

3.2.1. *Реактивы, растворы, аппаратура и посуда:*

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517;

натрия гидроксид по ГОСТ 4328, растворы концентраций c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) и c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), готовят по ГОСТ 25794.1 (хранят в банке из полиэтилена);

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта;

фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1;

формалин по ГОСТ 1625, раствор 1 : 1, нейтрализованный по фенолфталеину раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 до появления не исчезающей в течение 20 с розовой окраски, наблюдаемой на фоне молочного стекла;

бюретка 1—2—50—0,1 по НТД;

пипетки 4 (5)—2—1 по НТД;

цилиндр 1 (3)—100 по ГОСТ 1770;

ложка-шпатель ПЛ 208 по ГОСТ 6563;

чашка ПЛ 118—5 по ГОСТ 6563.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,5000 г препарата, взвешенного в платиновой (или фторопластовой) чашке, растворяют в 25 см³ воды, прибавляют 25 см³ раствора формалина, тщательно перемешивают, прибавляют 0,2 см³ раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия концентрации 0,5 моль/дм³ (при перемешивании платиновым или фторопластовым шпателем) до розовой окраски раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01852 \cdot 100}{m} - 1{,}298 \cdot X_1 ,$$

где V — объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

X_1 — массовая доля кислого фтористого аммония, определяемая по п. 3.10, %;

m — масса навески препарата, г;

0,01852 — масса фтористого аммония, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, г;

1,298 — коэффициент пересчета кислого фтористого аммония на фтористый аммоний.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,4 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.2.3, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.3.1. *Реактивы, аппаратура и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

тигли ПЛ 110—1 (2) по ГОСТ 6563;

чашка ПЛ 118—7 по ГОСТ 6563.

3.3.2. *Проведение анализа*

20,00 г препарата, взвешенного в платиновой чашке, растворяют в 200 см³ дистиллированной воды. Раствор фильтруют через платиновый тигель, заправленный обеззоленным фильтром «синяя лента» и предварительно промытый горячей водой, высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 50 см³ воды и сушат в сушильном шкафу при температуре 105—110 °С до постоянной массы.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю не растворимых в воде веществ (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} ,$$

где m_1 — масса остатка на тигле, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает 0,001 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,002 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 27184 из навески препарата массой 12,50 г. Полученный после удаления на песчаной бане основной массы препарата остаток смачивают 0,5 см³ серной кислоты. Прокаливание проводят при (700±20) °С.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает 0,003 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,003 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5 фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

При этом 1,00 г препарата, взвешенного в платиновой чашке, смачивают 1 см³ раствора углекислого натрия (ГОСТ 83) с массовой долей 1 % и нагревают на электроплитке, покрытой слоем асбеста, или на песчаной бане до прекращения выделения аммонийных солей (белый дым). К сухому остатку приливают 1 см³ углекислого натрия и вновь выпаривают досуха. Остаток растворяют в 3 см³ раствора борной кислоты (ГОСТ 9656) с массовой долей 3 % и 1 см³ раствора соляной кислоты и переносят в стакан или коническую колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят водой до 26 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10671.5, без прибавления раствора соляной кислоты.

Контрольный раствор готовят так же, как анализируемый, и с теми же массами реактивов.

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

- для препарата чистый для анализа — 0,050 мг,
- для препарата чистый — 0,050 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

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

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7 визуально-нефелометрическим методом в объеме 25 см³ (способ 1). При этом 2,00 г препарата, взвешенного в платиновой чашке (ГОСТ 6563), растворяют в 9 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10671.7, прибавляя 15 см³ раствора азотной кислоты (вместо 1 см³) и выдерживая раствор после прибавления раствора азотнокислого серебра в течение 10 мин в платиновой чашке. Сравнение опалесценции анализируемого раствора с раствором сравнения проводят немедленно после переноса раствора в коническую колбу вместимостью 100 см³.

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

- для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Cl,
- для препарата чистый — 0,020 мг Cl,

1 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

При необходимости в результат определения вносят поправку на массу хлоридов в 14 см³ раствора азотной кислоты, определяемую контрольным опытом.

3.7. Определение массовой доли кремния

Определение проводят по ГОСТ 10671.1 с применением в качестве восстановителя двойной сернокислой соли закиси железа и аммония (соль Мора). При этом 0,10 г препарата, взвешенного в платиновой чашке (ГОСТ 6563), растворяют в 20 см³ раствора борной кислоты (ГОСТ 9656) с массовой долей 3 %, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10671.1, применяя для построения градуировочного графика раствор, содержащий кремний (ГОСТ 4212), вместо раствора, содержащего кремнекислоту.

Контрольный раствор готовят так же, как анализируемый, и с теми же массами реактивов.

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

- для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,
- для препарата чистый — 0,020 мг.

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускается проводить визуальное определение.

При разногласиях в оценке массовой доли кремния проводят фотометрическое определение.

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555 сульфосалициловым методом. При этом 2,00 г препарата, взвешенного в платиновой чашке (ГОСТ 6563) смачивают 1 см³ раствора углекислого натрия (ГОСТ 83) с массовой долей 1 % и нагревают на электроплитке, покрытой слоем асбеста, или на песчаной бане до прекращения выделения аммонийных солей (белый дым). Остаток растворяют в 1 см³ раствора соляной кислоты и 3 см³ раствора борной кислоты (ГОСТ 9656) с массовой долей 3 %, затем переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят объем раствора водой до 20 см³. Далее определение проводят по ГОСТ 10555 не прибавляя раствор соляной кислоты.

Контрольный раствор готовят так же, как анализируемый, и с теми же массами реактивов.

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

- для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,
- для препарата чистый — 0,060 мг.

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.9. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319 тиоацетамидным методом. При этом 2,00 г препарата, взвешенного в платиновой чашке (ГОСТ 6563), смачивают 1 см³ раствора углекислого натрия (ГОСТ 83) с массовой долей 1 % и нагревают на электроплитке, покрытой слоем асбеста или на песчаной бане до прекращения выделения аммонийных солей (белый дым). Остаток растворяют в 1 см³ раствора уксусной кислоты (ГОСТ 61) с массовой долей 10 % при нагревании на кипящей водяной бане (чашку закрывают часовым стеклом), содержимое чашки переносят водой в коническую колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до 20 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 17319, прибавляя 2,5 см³ раствора натрия гидроксида (вместо 2 см³).

Контрольный раствор готовят так же, как анализируемый раствор, и с теми же массами реактивов. Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса тяжелых металлов не будет превышать:

- для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,
- для препарата чистый — 0,020 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят фотометрически.

3.5—3.9. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.10. Определение массовой доли кислого фтористого аммония

3.10.1. *Реактивы, растворы, аппаратура и посуда:*

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517 и охлаждают до 0 °С;

натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1; раствор хранят в банке из полиэтилена;

смешанный индикатор, состоящий из бромкрезолового пурпурового и бромтимолового синего; готовят по ГОСТ 4919.1; раствор хранят в склянке из оранжевого стекла;

бюретка 1 (2)—2—5—0,02 по НТД;

пипетка 4 (5)—2—1 по НТД;

цилиндр 1 (3)—100 по ГОСТ 1770;

ложка-шпатель ПЛ 208 по ГОСТ 6563;

чашка ПЛ 118—5 по ГОСТ 6563.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.10.2. *Проведение анализа*

1,00 г препарата, взвешенного в платиновой (или фторопластовой) чашке, растворяют в 25 см^3 холодной воды (температура воды от 0 до 5 °С), прибавляют 5 капель раствора индикатора и быстро титруют из бюретки (при перемешивании платиновым или фторопластовым шпателем) раствором гидроксида натрия до изменения окраски раствора от желтой до отчетливо сиреневой, сохраняющейся в течение 30 с.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.10.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кислого фтористого аммония (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot 0{,}0057 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески препарата, г;

0,0057 — масса кислого фтористого аммония, соответствующая 1 см^3 раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,15 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары 2—9, 11—1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6б, классификационный шифр 6163): серийный номер ООН 2505.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

5.2. Гарантийный срок хранения — 3 года со дня изготовления.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г. В. Грязнов, В. Г. Брудзь, И. Л. Ротенберг, Е. Н. Яковлева, Т. К. Паддина, Л. В. Кидиярова, С. А. Назаров, В. П. Лопаткина, З. Е. Северюхина, Л. Г. Волковая, Л. Ф. Булгакова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30.09.75 № 2539

3. Срок проверки — 1996 г. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 4518—60

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2а.1	ГОСТ 6709—72	3.3.1
ГОСТ 61—75	3.9	ГОСТ 9656—75	3.5, 3.7, 3.8
ГОСТ 83—79	3.5, 3.8, 3.9	ГОСТ 10555—75	3.8
ГОСТ 1625—89	3.2.1	ГОСТ 10671.1—74	3.7
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.10.1	ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 10671.7—74	3.6
ГОСТ 4212—76	3.7	ГОСТ 17319—76	3.9
ГОСТ 4328—77	3.2.1, 3.10.1	ГОСТ 18300—87	3.2.1
ГОСТ 4517—87	3.2.1, 3.10.1	ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1, 3.10.1	ГОСТ 25794.1—83	3.2.1, 3.10.1
ГОСТ 6563—75	3.2.1, 3.3.1, 3.6, 3.7, 3.8, 3.9, 3.10.1	ГОСТ 27025—86	3.1а
		ГОСТ 27184—86	3.4

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 17.05.91 № 705

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1981 г., феврале 1986 г., мае 1991 г. (ИУС 4—81, 6—86, 8—91)

Редактор *В. Н. Копысов*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *О. Я. Черепцова*
Компьютерная верстка *В. Н. Романовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.06.98. Подписано в печать 30.07.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,77.
Тираж 172 экз. С/Д 5961. Зак. 616.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru