МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
2—
2013

СЕЛИТРА АММИАЧНАЯ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 84 «Неорганические продукты азотной группы на базе аммиака и азотной кислоты» (ОАО «ГИАП»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 84 «Неорганические продукты азотной группы на базе аммиака и азотной кислоты» (ОАО «ГИАП»)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 декабря 2013 г. № 2158-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 2—85

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Технические требования . . . 3
3.3 Характеристики . . . 3
3.4 Маркировка . . . 5
3.5 Упаковка . . . 7
4 Требования безопасности . . . 7
5 Требования охраны окружающей среды . . . 8
6 Правила приемки . . . 9
7 Методы анализа . . . 10
7.1 Отбор проб . . . 10
7.2 Общие указания . . . 10
7.3 Определение внешнего вида . . . 10
7.4 Определение суммарной массовой доли нитратного и аммонийного азота в пересчете на NH_4NO_3 в сухом веществе . . . 10
7.5 Определение суммарной массовой доли нитратного и аммонийного азота в пересчете на азот в сухом веществе . . . 12
7.6 Определение массовой доли воды . . . 13
7.7 Определение массовой доли нитратов кальция и магния в пересчете на CaO или MgO . . . 13
7.8 Определение массовой доли сульфата аммония . . . 15
7.8.1 Титриметрический метод . . . 15
7.8.2 Фототурбидиметрический метод . . . 16
7.9 Определение массовой доли фосфатов в пересчете на P_2O_5 . . . 18
7.10 Определение pH 10 %-ного водного раствора . . . 19
7.11 Определение массовой доли веществ, нерастворимых в растворе азотной кислоты с массовой долей 10 % . . . 20
7.12 Определение гранулометрического состава . . . 20
7.13 Определение статической прочности гранул . . . 20
7.14 Определение рассыпчатости . . . 20
8 Транспортирование и хранение . . . 21
9 Гарантии изготовителя . . . 21

Поправка к ГОСТ 2—2013 Селитра аммиачная. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 3. Таблица согласования	—	Узбекистан | UZ | Узстандарт

(ИУС № 2 2016 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛИТРА АММИАЧНАЯ

Технические условия

Ammonium nitrate. Specifications

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на аммиачную селитру (нитрат аммония) (далее — селитру), получаемую из аммиака и азотной кислоты, и устанавливает требования к продукту, изготовляемому для промышленности, сельского хозяйства и экспорта.

Формула: NH_4NO_3.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 2011 г.) — 80,043.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.579—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.028—76 Система стандартов безопасности труда. Респираторы ШБ-1 «Лепесток». Технические условия

ГОСТ 12.4.121—83 Система стандартов безопасности труда. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия

ГОСТ 12.4.137—84 Обувь специальная кожаная для защиты от нефти, нефтепродуктов, кислот, щелочей, нетоксичной и взрывоопасной пыли. Технические условия

ГОСТ 17.2.3.02—78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4142—77 Реактивы. Кальций азотнокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 4144—79 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4236—77 Реактивы. Свинец (II) азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5375—79 Сапоги резиновые формовые. Технические условия

ГОСТ 6259—75 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9336—75 Реактивы. Аммоний ванадиевокислый мета. Технические условия

ГОСТ 10398—76 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды

ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17811—78 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 20851.4—75 Удобрения минеральные. Методы определения воды

ГОСТ 21560.0—82 Удобрения минеральные. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 21560.1—82 Удобрения минеральные. Метод определения гранулометрического состава

ГОСТ 21560.2—82 Удобрения минеральные. Метод определения статической прочности гранул

ГОСТ 21560.5—82 Удобрения минеральные. Метод определения рассыпчатости

ГОСТ 21650—76 Средства скрепления тарно-штучных грузов в транспортных пакетах. Общие требования

ГОСТ 22235—2010 Вагоны грузовые магистральных железных дорог колеи 1520 мм. Общие требования по обеспечению сохранности при производстве погрузочно-разгрузочных и маневровых работ

ГОСТ 22867—77 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 23954—80 Удобрения минеральные. Правила приемки

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка

ГОСТ 26663—85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования. Общие технические требования

---

* На территории РФ действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27574—87 Костюмы женские для защиты от общих производственных загрязнений и механических воздействий. Технические условия

ГОСТ 27575—87 Костюмы мужские для защиты от общих производственных загрязнений и механических воздействий. Технические условия

ГОСТ 27651—88 Костюмы женские для защиты от механических воздействий, воды и щелочей. Технические условия

ГОСТ 27653—88 Костюмы мужские для защиты от механических воздействий, воды и щелочей. Технические условия

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30090—93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

ГОСТ 30181.4—94 Удобрения минеральные. Метод определения суммарной массовой доли азота, содержащегося в сложных удобрениях и селитрах в аммонийной и нитратной формах (метод Деварда)

ГОСТ 30181.6—94 Удобрения минеральные. Метод определения массовой доли азота в солях аммония (в аммонийной форме формальдегидным методом)

ГОСТ 31340—2013 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Селитра должна изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

3.2 В зависимости от назначения селитру выпускают двух марок:

- А — для промышленности;
- Б — для сельского хозяйства.

Допускается применение для промышленных целей селитры марки Б.

3.3 Характеристики

3.3.1 По физико-химическим свойствам селитра должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки				Метод анализа
	А	Б			
		Высший сорт	Первый сорт	Второй сорт	
1 Внешний вид	Гранулы белого цвета или слегка окрашенные без механических примесей				По 7.3 настоящего стандарта
2 Суммарная массовая доля нитратного и аммонийного азота в пересчете на:					
NH_4NO_3 в сухом веществе, %, не менее	98	Не нормируется			По ГОСТ 30181.6 и 7.4 настоящего стандарта
азот в сухом веществе, %, не менее	Не нормируется	34,4	34,4	34,0	По ГОСТ 30181.4 и 7.5 настоящего стандарта

Продолжение таблицы 1

Наименование показателя	Норма для марки				Метод анализа
	А	Б			
		Высший сорт	Первый сорт	Второй сорт	
3 Массовая доля воды, %, не более:					
гигроскопической					
с сульфатной и сульфатно-фосфатной добавками	0,2	0,2	0,2	0,3	По ГОСТ 20851.4 и 7.6.1 настоящего стандарта
с добавками нитратов кальция и магния	0,3	0,3	0,3	0,3	То же
общей					
с сульфатной и сульфатно-фосфатной добавками	0,5	0,5	0,5	0,5	По ГОСТ 14870 и 7.6.2 настоящего стандарта
с добавками нитратов кальция и магния	0,6	0,6	0,6	0,6	То же
4 pH водного раствора с массовой долей 10 %, не менее:					
с добавкой нитратов кальция и магния	5,0	5,0	5,0	5,0	По 7.10 настоящего стандарта
с сульфатно-фосфатной добавкой	4,5	4,5	4,5	4,5	То же
с сульфатной добавкой	4,0	4,0	4,0	4,0	То же
5 Массовая доля веществ, нерастворимых в 10 %-ном растворе азотной кислоты, %, не более	0,2	Не нормируется			По 7.11 настоящего стандарта
6 Гранулометрический состав:					По ГОСТ 21560.1 и 7.12 настоящего стандарта
массовая доля гранул размером от 1 до 3 мм, %, не менее	93	Не нормируется			
массовая доля гранул размером от 1 до 4 мм, %, не менее	Не нормируется	95	95	95	
в том числе гранул размером от 2 до 4 мм, %, не менее	Не нормируется	80	50	Не нормируется	
массовая доля гранул размером менее 1 мм, %, не более	4	3	3	4	
массовая доля гранул размером более 6 мм, %	0	0	0	0	
7 Статическая прочность гранул, МПа (кгс/см^2), не менее	—	16,3	14,3	10,2	По ГОСТ 21560.1 и 7.13 настоящего стандарта
или в пересчете на гранулу, Н (кгс), не менее:	5 (0,5)	—	7 (0,7)	5 (0,5)	
с сульфатной и сульфатно-фосфатной добавками	—	10 (1,0)	—	—	
с добавками нитратов кальция и магния	—	8 (0,8)	—	—	

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Норма для марки				Метод анализа
	А	Б			
		Высший сорт	Первый сорт	Второй сорт	
8 Рассыпчатость, %, не менее	100	100	100	100	По ГОСТ 21560.5
Примечание — Норма по показателю 6 установлена при использовании сит с круглыми отверстиями.					

3.3.2 Массовая доля гигроскопической воды в селитре с добавками нитратов кальция и магния на момент приемки у потребителя — не более 0,4 %, общей воды — не более 0,7 %.

3.3.3 Допускается по согласованию с потребителем для марки А норма массовой доли гранул размером от 1 до 4 мм не менее 95 %.

Массовая доля гранул размером менее 1 мм для высшего и первого сортов марки Б на момент приемки у потребителя — не более 4 %.

3.3.4 Для обеспечения сохранности товарных свойств продукции при транспортировании и хранении селитру марок А и Б выпускают с применением стабилизирующих (кондиционирующих) добавок, содержащих кальций в виде нитрата кальция, магний в виде нитрата магния, сульфат или сульфат в сумме с фосфатом.

Селитру марок А и Б с сульфатной и сульфатно-фосфатной добавками выпускают только с применением поверхностно-активных антислеживающих добавок (диспергатор НФ, lilamin, SK Fert, Flotigam, жирные кислоты или амины жирных кислот и другие вещества, разрешенные к применению государственными органами здравоохранения), в количестве, гарантирующем содержание в селитре горючих веществ (включая любое органическое вещество, рассчитанное по углероду) не более 0,2 %.

Селитру марки А с магнийсодержащей добавкой выпускают без обработки антислеживающими модификаторами, использование антислеживающих модификаторов допускается по согласованию с потребителем.

Содержание соответствующей стабилизирующей (кондиционирующей) добавки в селитре должно составлять:

- для магнийсодержащей добавки массовая доля нитратов кальция и магния в пересчете на MgO — от 0,2 % до 0,5 % (метод определения приведен в 7.7); в отдельных случаях по согласованию с потребителем допускается содержание магнийсодержащей добавки 0,2 % в пересчете на MgO при соблюдении следующих условий:

содержание воды в готовом продукте — не более 0,4 % по методу Фишера;

температура выпуска продукта — не более 30 °С, в пересчете на CaO от 0,3 % до 0,7 % (метод определения приведен в 7.7);

- для сульфатной добавки массовая доля сульфата аммония — от 0,3 % до 0,7 % (метод определения приведен в 7.8);

- для сульфатно-фосфатной добавки массовая доля сульфата аммония в сумме с фосфатом аммония — от 0,3 % до 0,7 % (метод определения приведен в 7.9).

3.3.5 Технология производства селитры исключает содержание токсичных элементов, в том числе свинца, мышьяка, кадмия и ртути, а также природных и техногенных радионуклидов, поэтому для селитры марки Б регламентация их не требуется.

3.3.6 Требования к качеству селитры, предназначенной для экспорта, должны соответствовать требованиям договора (контракта) с иностранным покупателем.

3.4 Маркировка

3.4.1 При маркировке должны быть соблюдены нормы законодательства, действующего в каждом из государств — участников Соглашения о проведении согласованной политики в области стандартизации, метрологии, сертификации и аккредитации и устанавливающего порядок маркирования продукции информацией на государственном языке.

3.4.2 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Беречь от солнечных лучей» и «Беречь от влаги» и в соответствии с правилами перевозки опасных грузов на соответствующем виде транспорта.

Маркировочные данные и манипуляционные знаки наносят типографским способом или с помощью клише, трафарета или ярлыков по ГОСТ 14192.

Транспортная маркировка (основные, дополнительные и информационные надписи и манипуляционные знаки) должна быть нанесена на каждое грузовое место.

Допускается по согласованию с потребителем не наносить транспортную маркировку (кроме массы брутто и нетто) на упаковку при отгрузке грузов автомобильным транспортом и в универсальных контейнерах, кроме автомобилей и контейнеров, загружаемых мелкими отправками.

3.4.3 Селитру как опасный груз классифицируют следующим образом:

- класс 5.1;
- категория 511;
- классификационный шифр 5113;
- номер ООН 1942 (аммония нитрат);
- аварийная карточка № 509 (при перевозке по железным дорогам).

3.4.4 Каждое грузовое место должно иметь маркировку по ГОСТ 19433, характеризующую вид и степень опасности груза.

Маркировка должна содержать: знак опасности (чертеж 5), транспортное наименование: АММОНИЯ НИТРАТ/AMMONIUM NITRATE, номер ООН и классификационный шифр 5113.

3.4.5 Маркировка, характеризующая продукцию марки А, должна соответствовать требованиям законодательства страны-изготовителя и страны-импортера и содержать:

- наименование страны-изготовителя;
- наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак и юридический адрес;
- наименование продукта, его марку;
- указание о наличии органических добавок (О);
- массу нетто;
- номер партии и дату изготовления;
- обозначение настоящего стандарта.

Маркировка, характеризующая продукцию марки Б для сельского хозяйства, должна содержать:

- наименование страны-изготовителя;
- наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак и юридический адрес;
- наименование продукта, марку, сорт;
- гарантированную массовую долю азота по настоящему стандарту;
- класс опасности по ГОСТ 12.1.007;
- условия хранения и меры безопасности;
- массу нетто;
- номер партии и дату изготовления;
- гарантийный срок хранения;
- штриховой код продукции (при наличии);
- номер государственной регистрации;
- обозначение настоящего стандарта.

Допускается не наносить на маркировку номер партии, дату изготовления, условия хранения и меры безопасности при условии их обязательного указания в документе о качестве.

Каждая упаковочная единица или каждое транспортное средство должны сопровождаться документом, содержащим рекомендации по транспортированию, применению и хранению агрохимикатов.

Маркировку наносят типографским способом. Допускается наносить маркировочные данные с помощью полиэтиленовых или бумажных ламинированных ярлыков, трафаретов или клише.

Маркировка, характеризующая продукцию, должна содержать данные предупредительной маркировки по ГОСТ 31340.

3.4.6 На сформированные из мешков с селитрой транспортные пакеты перед предъявлением их к перевозке грузоотправителем наносят транспортную маркировку в соответствии с ГОСТ 14192 (3.6 и рисунок Б.3 приложения Б) и правилами перевозки опасных грузов, действующими на соответствующем виде транспорта.

Знак опасности, указанный в 3.4.4, должен быть нанесен, как на грузовые места (мешки), из которых сформированы пакеты, так и на пакеты в соответствии с ГОСТ 19433 и правилами перевозки опасных грузов, действующими на соответствующем виде транспорта.

3.4.7 Маркировка селитры, предназначенной для экспорта должна соответствовать требованиям договора (контракта) и действующим правилам перевозки опасных грузов в международном железнодорожном грузовом сообщении.

Международными регламентами по перевозке опасных грузов предусмотрено маркирование транспортных пакетов словами OVER PACK/ТРАНСПОРТНЫЙ ПАКЕТ, свидетельствующими, что все

грузовые места, находящиеся в транспортном пакете, имеют всю предписанную этими регламентами маркировку.

3.4.8 Маркировка упакованной селитры, направляемой в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, должна соответствовать требованиям ГОСТ 15846.

3.5 Упаковка

3.5.1 Селитру упаковывают в транспортную тару (влагопрочные мешки), соответствующую требованиям ГОСТ 26319:

- мешки полиэтиленовые сварные по ГОСТ 17811;
- мешки из полипропиленовой ткани, сшитые с внутренним полиэтиленовым вкладышем по ГОСТ 30090;
- допускается применение других влагопрочных полимерных мешков, отвечающих требованиям указанных стандартов и международным регламентам по перевозке опасных грузов.

Горловины открытых полиэтиленовых мешков должны быть заварены, а из полипропиленовой ткани — зашиты машинным способом или иметь конструкцию мешка с клапаном.

Номинальная масса продукта (масса нетто) в мешке должна быть 20 кг. По согласованию с потребителем допускается номинальная масса продукта (масса нетто) 50 кг.

Допускаемые отклонения содержимого нетто от номинального количества селитры в упаковках любого вида должны соответствовать требованиям ГОСТ 8.579 (таблица А.2)

Мешки с селитрой должны быть сформированы в транспортные пакеты в соответствии с ГОСТ 26663 и правилами перевозок опасных грузов, действующими на соответствующем виде транспорта, с использованием средств пакетирования по ГОСТ 21650, обеспечивающих целостность пакетов и безопасность при перевозках и проведении погрузочно-разгрузочных работ.

По согласованию с потребителем допускается перевозка селитры в вагонах, не принадлежащих перевозчику, в непакетированном виде, за исключением поставок в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности.

3.5.2 Допускается упаковывать селитру в мягкие специализированные контейнеры для сыпучих продуктов типа МКР по нормативным или техническим документам, коэффициент безопасности (прочности) которых должен быть не менее 6:1, а также в специализированные металлические контейнеры для сыпучих грузов, соответствующие нормативным документам.

Масса нетто металлических контейнеров должна устанавливаться с учетом требований ГОСТ 22235 и правил перевозки опасных грузов, действующих на данном виде транспорта. Масса нетто мягких контейнеров при поставках предприятиям, организациям и хозяйствам агропромышленного комплекса должна быть не более 1 т. По согласованию с потребителем допускается отгружать продукт с большей массой нетто.

3.5.3 Вид упаковки, предусмотренный настоящим стандартом, массу нетто селитры, предназначенной для экспорта, устанавливают в соответствии с требованиями договора (контракта).

3.5.4 Селитру, поставляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают в соответствии с ГОСТ 15846 с применением материалов, стойких к воздействию температуры до минус 60 °С.

3.5.5 Температура селитры перед упаковыванием не должна быть выше 50 °С.

4 Требования безопасности

4.1 По степени воздействия на организм человека селитра относится к умеренно опасным веществам (3-й класс опасности) по ГОСТ 12.1.007.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны гигиеническими нормами не установлена, рекомендуемая концентрация — 10 мг/м^3.

Контроль за состоянием воздуха рабочей зоны должен проводиться предприятием (или на договорных условиях аккредитованными лабораториями) по утвержденному графику, по методикам, разработанным в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005 и утвержденным в установленном порядке.

4.2 В организм человека селитра может проникать через органы дыхания в желудочно-кишечный тракт, попадать на кожу и в глаза.

Пыль селитры оказывает раздражающее действие при вдыхании на верхние дыхательные пути, при попадании на слизистые оболочки — на глаза и кожу. При попадании на кожу селитра вызывает раздражение кожи, особенно при наличии мелких трещин и ран. При попадании внутрь селитра вызывает головокружение, рвоту.

При попадании селитры в глаза и на кожу пораженное место необходимо промыть большим количеством воды в течение 15 мин. При отравлении селитрой ингаляционным путем пострадавшему необходимо обеспечить свежий воздух, покой, тепло, чистую одежду, необходимо тщательно прополоскать нос и рот водой. При попадании селитры внутрь — обильное питье, активированный уголь, солевое слабительное. При необходимости следует обратиться за медицинской помощью.

4.3 Селитра является окислителем и пожароопасна.

Пожаровзрывоопасные характеристики селитры: температура самовоспламенения — 350 °С, нижний концентрационный предел распространения пламени — 175 г/м^3.

При температуре 210 °С селитра разлагается на оксиды азота и пары воды, при этом при взаимодействии оксидов азота и селитры выделяются кислород и аммиак, что может привести к пожару или взрыву.

При взаимодействии селитры с горючими дисперсными материалами (порошки металлов, древесные опилки, сахар и другие органические вещества) происходит выделение тепла.

При взаимодействии с серой, кислотами, суперфосфатом, хлорной известью, порошковыми металлами (особенно цинком) селитра разлагается с выделением токсичных оксидов азота и кислорода. Выделяющийся кислород вызывает возгорание горючих материалов и, как следствие, пожар.

В случае загрязнения селитры органическими материалами или при пожаре разложение селитры переходит во взрыв. Селитра также взрывается под действием сильных ударов.

Разведение огня ближе 50 м от мест погрузки, разгрузки и хранения селитры, а также курение вблизи этих мест запрещается.

Селитра взрывается при ее попадании в зону пожара.

4.4 Пожар, вызванный разложением селитры, следует тушить большим количеством воды.

4.5 Все производственные помещения должны быть оборудованы общеобменной принудительной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021, места возможного пыления — местными отсосами, воздух которых перед выбросом в атмосферу должен направляться на очистку.

4.6 При изготовлении и фасовке селитры должны соблюдаться общие требования пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004, взрывобезопасность — ГОСТ 12.1.010, электростатическая безопасность — ГОСТ 12.1.018. Электрооборудование должно быть заземлено.

4.7 Применение селитры в сельском хозяйстве регламентируется документом, разрешающим ее применение на территории данного государства.

При хранении, транспортировании и применении селитры в сельском хозяйстве следует соблюдать нормы и правила в соответствии с санитарно-гигиеническими требованиями, действующими на территории данного государства, к хранению, применению и транспортированию агрохимикатов.

4.8 Все работы с селитрой необходимо проводить с применением средств индивидуальной защиты.

В качестве средств индивидуальной защиты следует применять:

- специальные костюмы по ГОСТ 27651 или ГОСТ 27653, или ГОСТ 27574, или ГОСТ 27575 или других нормативных или технических документов;
- ботинки по ГОСТ 12.4.137 или сапоги по ГОСТ 5375;
- рукавицы (перчатки) резинотрикотажные или перчатки с покрытием из полимерных материалов по нормативным или техническим документам;
- средства индивидуальной защиты органов дыхания:
- фильтрующие противоаэрозольные противогазы по нормативным или техническим документам;
- противопылевые респираторы по ГОСТ 12.4.028;
- ватно-марлевую повязку.

Все работающие, занятые в производстве селитры, кроме указанных выше средств защиты, должны быть обеспечены противогазами марки М или В по ГОСТ 12.4.121.

Лица моложе 18 лет и беременные женщины к производству селитры не допускаются.

Работающие в контакте с селитрой должны проходить медицинские осмотры в соответствии с порядком и в сроки, установленные государственными органами здравоохранения.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 Защита окружающей среды при производстве селитры должна быть обеспечена герметизацией технологического оборудования, устройством вентиляционных систем в местах возможного пыления продукта, очисткой воздуха после сушки селитры до определенных санитарных норм, установлением предельно допустимых выбросов вредных веществ для каждого источника загрязнения в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.3.02.

5.2 Предельно допустимая концентрация (ПДК) селитры в атмосферном воздухе населенных мест (среднесуточная) — 0,3 мг/м^3, 4-й класс опасности.

ПДК аммоний-иона (по азоту) в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования — 1,5 мг/дм^3 (4-й класс опасности), нитратов (по NO_3^-) — 45 мг/дм^3 (3-й класс опасности).

ПДК аммоний-иона для воды водных объектов, имеющих рыбохозяйственное значение, — 0,5 мг/дм^3 (4-й класс опасности), нитрат-иона — 40 мг/дм^3.

Предельно допустимая концентрация селитры (по аммоний-иону NH_4^+) для морских водоемов — 2,9 мг/дм^3.

ПДК нитратов в почве — 130 мг/кг.

5.3 Промывные воды после промывки оборудования и коммуникаций должны быть направлены на биоочистные сооружения.

Твердые отходы производства (после очистки оборудования и коммуникаций) подлежат захоронению в специально отведенных местах. Отходы селитры, непригодные для использования по назначению продукта, должны быть направлены на технологическую переработку.

5.4 Дозы внесения селитры в почву устанавливают на основании данных агрохимических служб, расположенных в зоне ее применения.

6 Правила приемки

6.1 Правила приемки — по ГОСТ 23954 со следующими дополнениями, указанными в 6.1.1—6.1.3.

6.1.1 Партией считают количество однородного по своим показателям качества продукта, не превышающее сменную выработку или сменную отгрузку.

На внутренний рынок документ о качестве выдается на каждое транспортное средство или группу транспортных средств, в которых селитра отгружена как одна партия в один адрес. В документе о качестве должно быть указано наличие и виды стабилизирующей (кондиционирующей) добавки и поверхностно-активной антислеживающей добавки при ее наличии.

К каждому документу о качестве прилагают тарную этикетку и рекомендации по транспортированию, применению и хранению агрохимиката, утвержденные в установленном порядке.

6.1.2 При отгрузке селитры, предназначенной для экспорта, размер партии не ограничен.

Партия селитры, предназначенная для экспорта, должна сопровождаться документом о качестве в соответствии с требованиями договора (контракта). Для проверки качества селитры, предназначенной для экспорта, допускается у изготовителя (поставщика) отбирать пробы продукта, находящегося в движении до упаковывания, не менее 0,0003 % массы партии.

Определение массовой доли воды проводят одним из указанных в настоящем стандарте методов в соответствии с условиями договора (контракта), при этом:

- определение массовой доли гигроскопической воды проводят для каждой партии продукта;
- определение массовой доли общей воды проводят в соответствии с условиями договора (контракта).

6.1.3 Рассыпчатость продукта изготовитель определяет периодически на закладках один раз в 6 мес. Порядок проведения закладок устанавливает предприятие-изготовитель.

6.1.4 Суммарную массовую долю нитратного и аммонийного азота в пересчете на NH_4NO_3 или азот в сухом веществе, массовую долю веществ, нерастворимых в 10 %-ном растворе азотной кислоты, и статическую прочность гранул изготовитель определяет периодически один раз в неделю.

6.1.5 При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ от удвоенной выборки уже упакованной продукции. Результаты повторного анализа распространяют на всю партию.

У изготовителя при отборе проб от неупакованного продукта с транспортерной ленты повторный анализ от удвоенной выборки не проводят.

При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний испытания переводят в приемно-сдаточные до получения удовлетворительных результатов на трех партиях подряд.

7 Методы анализа

7.1 Отбор проб

7.1.1 Отбор и подготовка проб для анализа — по ГОСТ 21560.0 со следующими дополнениями.

7.1.1.1 Механический или автоматический пробоотборник должен обеспечивать равномерный отбор точечных проб и получение объединенной пробы не менее массы выборки, установленной для проверки качества продукта, находящегося в движении.

7.1.1.2 Точечные пробы от неупакованного продукта с транспортерной ленты отбирают у изготовителя в количестве 0,5 кг от 30 т.

7.1.1.3 Допускается для крупнотоннажных производств отбирать точечные пробы продукта в количестве 0,5 кг от 150 т.

7.1.1.4 Точечные пробы селитры, предназначенной для промышленности, допускается отбирать из любой части мешка.

7.2 Общие указания

7.2.1 Общие указания по проведению анализов — по ГОСТ 27025.

7.2.2 Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже, чем предусмотрено настоящим стандартом.

7.2.3 Допускается применять другие методы анализа, обеспечивающие требуемую точность и достоверность результатов определений. Применяемые методики должны быть аттестованы.

При разногласиях в оценке качества продукта анализ проводят методами, указанными в настоящем стандарте, с применением средств измерений, оборудования и реактивов, предусмотренных этими методами.

7.2.4 Результаты анализа округляют до того количества значащих цифр, которому соответствует норма по данному показателю.

7.3 Определение внешнего вида

Внешний вид селитры определяют визуально.

При разногласиях, в оценке внешнего вида определение проводят при естественном освещении, используя подложку белого цвета.

7.4 Определение суммарной массовой доли нитратного и аммонийного азота в пересчете на NH_4NO_3 в сухом веществе

7.4.1 Определение проводят по ГОСТ 30181.6 с дополнениями.

Диапазон определения массовой доли азота — от 20 % до 35 %, нитрата аммония — от 57 % до 100 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ±0,8 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Масса навески анализируемой пробы селитры должна быть (4,0000 ± 1,0000) г.

Суммарную массовую долю нитратного и аммонийного азота в пересчете на NH_4NO_3 в сухом веществе X^1, %, вычисляют по формулам:

- без добавок

$$X^1 = \frac{VK0{,}02 \cdot 500 \cdot 100}{m\,25(100 - X_1)}\,100; \quad (1)$$

- с добавкой нитратов кальция X^2 и магния X^3

$$X^2 = X + 1{,}427\,X_2, \quad (2)$$

$$X^3 = X + 1{,}986\,X_3; \quad (3)$$

- с добавкой сульфата аммония X^4

$$X^4 = X - 0{,}606\,X_4; \quad (4)$$

- с сульфатно-фосфатной добавкой X^5

$$X^5 = X - 0{,}606\,X_4 - 0{,}564\,X_5, \quad (5)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,25 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

K — поправочный коэффициент раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 0,25 моль/дм^3, определяемый по ГОСТ 25794.1;

0,02 — масса NH_4NO_3, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,25 моль/дм^3, г;

$\frac{100}{(100 - X_1)}$ — коэффициент пересчета суммарной массовой доли нитратного и аммонийного азота в пересчете на NH_4NO_3 в сухом веществе;

m — масса навески селитры, г;

25 — объем пробы, взятый для анализа, см^3;

X_1 — массовая доля гигроскопической воды в селитре, определяемая методом высушивания по 7.6.1, %;

X_2 — массовая доля нитратов кальция и магния в пересчете на CaO, определяемая по 7.7, %;

X_3 — массовая доля нитратов кальция и магния в пересчете на MgO, определяемая по 7.7, %;

X_4 — массовая доля сульфата аммония, определяемая по 7.8, %;

X_5 — массовая доля фосфатов в пересчете на P_2O_5, определяемая по 7.9, %;

1,427 — коэффициент пересчета CaO на NH_4NO_3;

1,986 — коэффициент пересчета MgO на NH_4NO_3;

0,606 — коэффициент пересчета $(NH_4)_2SO_4$ на NH_4NO_3;

0,564 — коэффициент пересчета P_2O_5 на NH_4NO_3.

Для определения суммарной массовой доли нитратного и аммонийного азота в пересчете на NH_4NO_3 и сухое вещество допускается применять раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, тогда формула (1) будет иметь следующий вид

$$X = \frac{VK\,0{,}008 \cdot 500 \cdot 100}{m\,25\,(100 - X_1)}\,100, \qquad (6)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

K — поправочный коэффициент раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 0,1 моль/дм^3, определяемый по ГОСТ 25794.1;

0,0080 — масса NH_4NO_3, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г;

$\frac{100}{(100 - X_1)}$ — коэффициент пересчета суммарной массовой доли нитратного и аммонийного азота в пересчете на NH_4NO_3 в сухом веществе;

m — масса навески селитры, г;

25 — объем пробы, взятый для анализа, см^3;

X_1 — массовая доля гигроскопической воды в селитре, определяемая методом высушивания по 7.6.1, %.

За результат анализа суммарной массовой доли нитратного и аммонийного азота в пересчете на NH_4NO_3 в сухом веществе принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости, равный 0,9 % при доверительной вероятности P = 0,95.

7.4.2 Допускается определять суммарную массовую долю нитратного и аммонийного азота в пересчете на NH_4NO_3 в сухом веществе по методу, заключающемуся в определении разницы между 100 % и суммой массовой доли гигроскопической воды в процентах, определяемой методом высушивания, и массовой доли сульфата аммония и фосфатов аммония (в пересчете на P_2O_5) в процентах в пересчете на NH_4NO_3 или массовой доли нитратов кальция и магния в процентах в пересчете на NH_4NO_3.

Суммарную массовую долю нитратного и аммонийного азота в пересчете на NH_4NO_3 в сухом веществе X, %, вычисляют по формулам:

- в случае сульфатной добавки

$$X = 100 - X_1 - X_4 + 0{,}606\,X_4, \qquad (7)$$

где X_1 — массовая доля гигроскопической воды в селитре, определяемая методом высушивания по 7.6.1, %;

X_4 — массовая доля сульфата аммония, определяемая по 7.8, %;

0,606 — коэффициент пересчета $(NH_4)_2SO_4$ на NH_4NO_3;

- в случае сульфатно-фосфатной добавки

$$X = 100 - X_1 - X_4 + 0{,}606\,X_4 - 1{,}621\,X_5 + 0{,}564\,X_5, \quad (8)$$

где X_1 — массовая доля гигроскопической воды в селитре, определяемая методом высушивания по 7.6.1, %;

X_4 — массовая доля $(NH_4)_2SO_4$, определяемая по 7.8, %;

0,606 — коэффициент пересчета $(NH_4)_2SO_4$ на NH_4NO_3;

1,621 — коэффициент пересчета P_2O_5 на $NH_4H_2PO_4$;

X_5 — массовая доля фосфатов в пересчете на P_2O_5, определяемая по 7.9, %;

0,564 — коэффициент пересчета фосфатов (P_2O_5) на NH_4NO_3;

- в случае добавки нитратов кальция и магния

$$X = 100 - X_1 - 2{,}926\,X_2 + 1{,}427\,X_2, \quad (9)$$

где X_1 — массовая доля гигроскопической воды в селитре, определяемая методом высушивания по 7.6.1, %;

X_2 — массовая доля нитратов кальция и магния в пересчете на CaO, определяемая по 7.7, %;

2,926 — коэффициент пересчета CaO на $Ca(NO_3)_2$;

1,427 — коэффициент пересчета CaO на NH_4NO_3,

или

$$X = 100 - X_1 - 3{,}679\,X_3 + 1{,}986\,X_3, \quad (10)$$

где X_1 — массовая доля гигроскопической воды в селитре, определяемая методом высушивания по 7.6.1, %;

X_3 — массовая доля нитратов кальция и магния в пересчете на MgO, определяемая по 7.7, %;

3,679 — коэффициент пересчета MgO на $Mg(NO_3)_2$;

1,986 — коэффициент пересчета MgO на NH_4NO_3.

7.5 Определение суммарной массовой доли нитратного и аммонийного азота в пересчете на азот в сухом веществе

7.5.1 Определение проводят по ГОСТ 30181.4 с дополнениями.

Диапазон определений массовой доли азота — от 8 % до 35 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ±2 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Масса навески анализируемой пробы селитры должна быть (1,7500 ± 0,2500) г.

Для анализа применяют раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 0,1 моль/дм^3, отбирая 20 см^3 фильтрата.

Суммарную массовую долю нитратного и аммонийного азота в пересчете на азот в сухом веществе X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V - V_1)K\,0{,}0014 \cdot 250 \cdot 100}{m\,20\,(100 - X_1)}\,100, \quad (11)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты молярной концентрации c(1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 в контрольном опыте, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты молярной концентрации c(1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 в анализируемой пробе, см^3;

K — поправочный коэффициент раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 0,1 моль/дм^3, определяемый по ГОСТ 25794.1;

0,0014 — масса азота, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г;

$\frac{100}{(100 - X_1)}$ — коэффициент пересчета массовой доли нитратного и аммонийного азота в пересчете на азот в сухом веществе;

m — масса навески селитры, г;

20 — объем пробы, взятый для анализа, см^3;

X_1 — массовая доля гигроскопической воды в селитре, определяемая методом высушивания по 7.6.1, %.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости, равный 0,4 % при доверительной вероятности P = 0,95 (для массовых долей азота не менее 11,0 %).

7.5.2 Допускается определять суммарную массовую долю нитратного и аммонийного азота в пересчете на азот в сухом веществе, умножая массовую долю NH_4NO_3 в сухом веществе, определяемую по 7.4, на коэффициент 0,35.

При разногласиях в оценке массовой доли азота определение проводят по 7.5.

7.6 Определение массовой доли воды

7.6.1 Массовую долю гигроскопической воды определяют по ГОСТ 20851.4 (раздел 1) методом высушивания в сушильном шкафу или при помощи прибора с зеркальной инфракрасной лампой с дополнениями.

Диапазон определения массовой доли воды — от 0,1 % до 0,7 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ±17 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Масса навески анализируемой быстро растертой (не более 2—3 мин) пробы селитры должна быть (5,0000 ± 0,0500) г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости, равный 0,03 % при доверительной вероятности P = 0,95.

7.6.2 Массовую долю общей воды определяют методом Фишера по ГОСТ 14870 или ГОСТ 20851.4 (раздел 4) с дополнениями.

Диапазон определения массовой доли воды — от 0,2 % до 1,0 %.

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

Масса навески анализируемой селитры должна быть от 0,50000 до 1,0000 г.

При установке титра реактива Фишера по навеске воды в ячейку для титрования вводят метанол в объеме, необходимом для погружения платиновых электродов. Допускается вместо метанола для растворения пробы использовать реактив Фишера.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости, равный 0,02 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Допускается использовать влагомеры типа ВГК или иные приборы и установки при соблюдении диапазона определения, установленного для метода Фишера.

7.7 Определение массовой доли нитратов кальция и магния в пересчете на CaO или MgO

7.7.1 Массовую долю нитратов кальция и магния в селитре определяют титриметрическим методом.

Метод основан на реакции комплексообразования ионов кальция и магния с трилоном Б (динатриевая соль этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная).

Диапазон определения массовой доли $Mg(NO_3)_2$ в пересчете на MgO — от 0,2 % до 0,7 %, $Ca(NO_3)_2$ в пересчете на CaO — от 0,3 % до 1,0 %.

7.7.2 Аппаратура, посуда, реактивы, растворы

Весы лабораторные общего назначения специального класса точности по ГОСТ 24104.

Бюретки I-3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы 2-(100, 250)-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2-250-34 по ГОСТ 25336.

Пипетки 2-2-(10, 25) по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1-(10, 25)-2 по ГОСТ 1770.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4144, х. ч.

Кальций азотнокислый по ГОСТ 4142, ч. д. а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч. д. а.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а., водный раствор с массовой долей 25 %, не содержащий углекислоту; готовят по ГОСТ 4517 (2.5.2).

Раствор буферный аммиачный (pH 9,5—10,0); готовят по 7.7.3.2.

Кислотный хром синий К (индикатор), раствор с массовой долей 0,5 % или эриохром черный Т, индикаторная смесь.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′ , N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3. Коэффициент поправки определяют по ГОСТ 10398 (3.1.2). Допускается определять коэффициент поправки раствора трилона Б, используя раствор азотнокислого кальция молярной концентрации точно c ($Ca(NO_3)_2$) = 0,05 моль/дм^3.

7.7.3 Подготовка к анализу

7.7.3.1 Приготовление индикаторов

Навеску 0,50 г индикатора (кислотный хром синий К) растворяют в 10 см^3 буферного раствора и доводят объем водой до 100 см^3. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Срок хранения раствора — не более двух недель.

Навеску 0,25 г эриохрома черного Т растирают в ступке с (25,00 ± 0,05) г хлористого натрия или азотнокислого калия.

7.7.3.2 Аммиачный буферный раствор (pH 9,5—10,0) готовят следующим образом: (70,00—0,05) г хлористого аммония растворяют в 250—300 см^3 воды, добавляют 250 см^3 раствора аммиака и доводят объем раствора водой до 1 дм^3.

7.7.4 Проведение анализа

Навеску селитры (2,0000 ± 0,0500) г помещают в коническую колбу, растворяют в 100 см^3 воды, добавляют 20 см^3 аммиачного буферного раствора, 2—3 капли индикатора или 0,1 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б молярной концентрации c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3 до перехода красной или красно-фиолетовой окраски раствора в синюю.

Если при растворении навески селитры раствор мутный, то навеску селитры массой (20,0000 ± 0,0500) г помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Затем фильтруют часть раствора и берут на титрование 25 см^3 фильтрата. Фильтрат помещают в коническую колбу и далее проводят определение, как указано в начале настоящего пункта.

7.7.5 Обработка результатов

Массовую долю нитратов кальция и магния в пересчете на CaO в сухом веществе X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{VK\,0{,}0028 \cdot 100}{m\,(100 - X_1)}\,100, \qquad (12)$$

или по формуле

$$X_2 = \frac{VK\,0{,}0028 \cdot 250 \cdot 100}{m\,25\,(100 - X_1)}\,100, \qquad (13)$$

где V — объем раствора трилона Б молярной концентрации c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

K — поправочный коэффициент раствора трилона Б молярной концентрации c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3, определяемый по ГОСТ 10398 (3.1.2);

0,0028 — масса CaO, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б молярной концентрации точно c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3 , г;

$\frac{100}{(100 - X_1)}$ — коэффициент пересчета массовой доли CaO на сухое вещество;

m — масса навески селитры, г;

25 — объем пробы, взятый для анализа, см^3;

X_1 — массовая доля гигроскопической воды в селитре, определяемая методом высушивания по 7.6.1, %.

Массовую долю нитратов кальция и магния в пересчете на MgO в сухом веществе X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{VK\,0{,}0020 \cdot 100}{m\,(100 - X_1)}\,100 \qquad (14)$$

или по формуле

$$X_3 = \frac{VK\,0{,}0020 \cdot 250 \cdot 100}{m\,25\,(100 - X_1)}\,100, \qquad (15)$$

где V — объем раствора трилона Б молярной концентрации c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

K — поправочный коэффициент раствора трилона Б молярной концентрации $c(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O) = 0{,}05$ моль/дм^3, определяемый по ГОСТ 10398 (3.1.2);

0,0020 — масса MgO, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б молярной концентрации точно $c(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O) = 0{,}05$ моль/дм^3, г;

$\frac{100}{(100 - X_1)}$ — коэффициент пересчета массовой доли MgO на сухое вещество;

m — масса навески селитры, г;

25 — объем пробы, взятый для анализа, см^3;

X_1 — массовая доля гигроскопической воды в селитре, определяемая методом высушивания по 7.6.1, %.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости, равный 0,03 % в пересчете на CaO и MgO при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

7.8 Определение массовой доли сульфата аммония

7.8.1 Титриметрический метод

7.8.1.1 Метод основан на осаждении сульфат-иона в виде сульфата свинца в присутствии индикатора дитизона.

Диапазон определения массовой доли сульфата аммония в селитре с сульфатной и сульфатно-фосфатной добавками — от 0,3 % до 0,7 %.

7.8.1.2 Аппаратура, посуда, реактивы, растворы

Весы лабораторные общего назначения специального класса точности по ГОСТ 24104.

Колбы 2-(1000; 100)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1; 2-2-(5; 10) по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Ацетон по ГОСТ 2603, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный, технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а., раствор молярной концентрации $c(NH_4OH) = 0{,}02$ моль/дм^3.

Бромфеноловый синий (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Дитизон, ч. д. а (индикатор), раствор в ацетоне с массовой долей 0,1 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор молярной концентрации $c(HNO_3) = 0{,}3$ моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4) = 0{,}05$ моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., раствор с массовой долей 20 %.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236, х. ч., раствор молярной концентрации $c(1/2\ Pb(NO_3)_2) = 0{,}05$ моль/дм^3; готовят по 7.8.1.3.

7.8.1.3 Приготовление растворов

Раствор серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4) = 0{,}05$ моль/дм^3; готовят разбавлением раствора молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4) = 0{,}5$ моль/дм^3 в 10 раз. Поправочный коэффициент, установленный по ГОСТ 25794.1 для раствора серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4) = 0{,}5$ моль/дм^3, распространяется на поправочный коэффициент разбавленного раствора.

Раствор азотнокислого свинца молярной концентрации $c(1/2Pb(NO_3)_2) = 0{,}05$ моль/дм^3; готовят следующим образом: навеску (8,3000 $\pm$ 0,0500) г азотнокислого свинца растворяют в воде. Если раствор мутный, его фильтруют, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем водой до метки и перемешивают. Поправочный коэффициент раствора азотнокислого свинца устанавливают по раствору серной кислоты. Для этого в колбу для титрования вносят 5 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации точно $c(1/2H_2SO_4) = 0{,}05$ моль/дм^3, добавляют 6 капель бромфенолового синего, доводят окраску до зеленого цвета раствором азотной кислоты или водного аммиака, добавляют 1 см^3 раствора уксусной кислоты, 30 см^3 ацетона, 1 см^3 раствора дитизона и титруют раствором азотнокислого свинца до пурпурного цвета.

Поправочный коэффициент K раствора азотнокислого свинца молярной концентрации $c(1/2Pb(NO_3)_2) = 0{,}05$ моль/дм^3 вычисляют по формуле

$$K = \frac{5K_к}{V}, \quad (16)$$

где $K_к$ — поправочный коэффициент раствора серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4) = 0{,}05$ моль/дм^3;

V — объем раствора азотнокислого свинца молярной концентрации $c(1/2Pb(NO_3)_2) = 0{,}05$ моль/дм^3, израсходованный на титрование раствора серной кислоты молярной концентрации точно $c(1/2H_2SO_4) = 0{,}05$ моль/дм^3, см^3.

7.8.1.4 Проведение анализа

Навеску (10,0000 ± 0,0500) г селитры помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в воде, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. 10 см^3 полученного раствора пипеткой переносят в колбу для титрования, добавляют 6 капель бромфенолового синего, доводят окраску до зеленого цвета раствором азотной кислоты или водного аммиака. Затем приливают 1 см^3 раствора уксусной кислоты, 30 см^3 ацетона, 1 см^3 дитизона и титруют раствором азотнокислого свинца при интенсивном перемешивании до пурпурного цвета.

7.8.1.5 Обработка результатов

Массовую долю сульфата аммония в пересчете на сухое вещество X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{VK0{,}0033 \cdot 100 \cdot 100}{m\,10(100 - X_1)}\,100, \quad (17)$$

где V — объем раствора азотнокислого свинца молярной концентрации $c(1/2Pb(NO_3)_2) = 0{,}05$ моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

K — поправочный коэффициент раствора азотнокислого свинца молярной концентрации $c(1/2Pb(NO_3)_2) = 0{,}05$ моль/дм^3;

0,0033 — масса сульфата аммония, соответствующая 1 см^3 раствора азотнокислого свинца молярной концентрации точно $c(1/2Pb(NO_3)_2) = 0{,}05$ моль/дм^3, г;

$\frac{100}{(100 - X_1)}$ — коэффициент пересчета массовой доли сульфата аммония на сухое вещество;

m — масса навески селитры, г;

10 — объем пробы, взятый для анализа, см^3;

X_1 — массовая доля гигроскопической воды в селитре, определяемая методом высушивания по 7.6.1, %.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости, равный 0,035 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

7.8.2 Фототурбидиметрический метод

7.8.2.1 Метод основан на осаждении сульфат-иона в виде сернокислого бария

$$SO_4^{2-} + Ba^{2+} \rightarrow BaSO_4.$$

Диапазон определения сульфата аммония в селитре с сульфатной и сульфатно-фосфатной добавками — от 0,3 % до 0,7 %.

Нижняя граница определяемой массовой доли сульфата аммония составляет 0,01 % для 1 г пробы. Для устойчивости суспензии в качестве стабилизатора используют глицерин.

7.8.2.2 Аппаратура, посуда, реактивы, растворы

Весы лабораторные общего назначения специального класса точности по ГОСТ 24104.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа, обеспечивающий фотометрирование в спектральной области от 400 до 450 нм.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

Бюретка I-3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы 2- (50,100,500)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-(2, 5,10) по ГОСТ 29169.

Цилиндр 1-500-1 по ГОСТ 1770.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч.

Глицерин по ГОСТ 6259, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233,ч. д. а.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, х. ч., раствор с массовой долей 10 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.8.2.3 Подготовка к анализу

Приготовление растворов

Раствор сульфата аммония готовят следующим образом: навеску (0,2687 ± 0,0002) г сернокислого натрия, прокаленного при 400 °С до постоянной массы, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. 1 см^3 раствора сернокислого натрия соответствует 0,5 мг сульфата аммония.

Раствор сульфата аммония массовой концентрации 0,1 мг/см^3 готовят следующим образом: 20 см^3 приготовленного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Полученный раствор содержит 0,1 мг сульфата аммония в 1 см^3 раствора. Раствор пригоден в день его приготовления.

Раствор стабилизатора А готовят следующим образом: навеску (120,00 ± 0,05) г хлористого натрия растворяют при нагревании в 500 см^3 воды, добавляют 10 см^3 соляной кислоты и (50,00 ± 0,05) г хлористого бария. После растворения к раствору приливают 500 см^3 глицерина и фильтруют не ранее чем через сутки.

Раствор стабилизатора Б готовят следующим образом: навеску (120,00 ± 0,05) г хлористого натрия растворяют при нагревании в 500 см^3 воды, добавляют 10 см^3 соляной кислоты и после растворения приливают 500 см^3 глицерина. Раствор фильтруют.

7.8.2.4 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см^3 помещают с помощью бюретки от 0 до 6 см^3 раствора сульфата аммония массовой концентрации 0,1 мг/см^3, добавляют воду до 30 см^3 и в каждую колбу из бюретки приливают 5 см^3 раствора азотнокислого аммония. В первую (не содержащую сульфат аммония) колбу пипеткой добавляют 10 см^3 раствора стабилизатора Б, в остальные пипеткой — по 10 см^3 раствора стабилизатора А. Доводят объемы растворов водой до метки и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Растворы выдерживают в течение 5 мин. После этого растворы тщательно перемешивают в течение 15—20 с и измеряют оптическую плотность при длине волны 434 нм (максимум светопоглощения суспензии) по отношению к контрольному раствору, в качестве которого служит раствор, не содержащий сульфат аммония.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения массы сульфата аммония в растворах сравнения в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

Построение градуировочного графика проводят не менее чем по пяти-шести растворам сравнения с известной массой сульфата аммония.

Угловой коэффициент S, мг$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$S = \frac{D_i}{m_i}, \qquad (18)$$

где D_i — оптическая плотность i-го раствора сравнения;

m_i — масса сульфата аммония в i-м растворе сравнения, мг.

Находят среднеарифметическое значение S.

Если наблюдается значительный разброс результатов измерений, то построение градуировочного графика проводят по методу наименьших квадратов.

Градуировочный график необходимо проверять ежемесячно по трем-четырем растворам сравнения, а также при замене кювет, фотоэлектроколориметра (спектрофотометра) или после приготовления новых растворов реактивов. Если разность между значениями, полученными по построенному градуировочному графику, и значениями, полученными по трем-четырем растворам сравнения, выраженная в процентах, превышает 4 %, необходимо вновь построить градуировочный график по пяти-шести приготовленным градуировочным растворам.

7.8.2.5 Проведение анализа

Навеску (10,0000 ± 0,0500) г селитры помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в воде, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. В две мерные колбы вместимостью 50 см^3 каждая пипеткой или бюреткой отбирают в зависимости от массы сульфата аммония от 1 до 5 см^3 полученного раствора, разбавляют водой до 30 см^3. В одну из них приливают 10 см^3 раствора стабилизатора Б (контрольный раствор), в другую —10 см^3 раствора стабилизатора А, доводят объемы растворов до метки водой и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Через 5 мин пробу снова тщательно перемешивают в течение 15—20 с и измеряют оптическую плотность, как указано в 7.8.2.4.

7.8.2.6 Обработка результатов

Массовую долю сульфата аммония X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{D\,100}{S\,m\,V\,1000}\,100, \qquad (19)$$

где D — оптическая плотность раствора;

S — угловой коэффициент, $мг^{-1}$;

m — масса навески селитры, г;

V — объем пробы, взятый для анализа, $см^3$.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости, равный 0,03 % при доверительной вероятности P = 0,95.

7.8.3 При разногласиях в оценке массовой доли сульфата аммония определение проводят титриметрическим методом по 7.8.1

7.9 Определение массовой доли фосфатов в пересчете на P_2O_5

7.9.1 Массовую долю фосфатов в пересчете на P_2O_5 в селитре определяют дифференциальным фотометрическим методом.

Метод основан на образовании желто-окрашенного фосфорнованадиевомолибденового комплекса и фотометрическом измерении оптической плотности.

Диапазон определения массовой доли фосфатов в пересчете на P_2O_5 — от 0,3 % до 0,7 %.

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

7.9.2 Аппаратура, посуда, реактивы, растворы

Весы лабораторные общего назначения специального класса точности по ГОСТ 24104.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа, обеспечивающий фотометрирование в спектральной области от 400 до 450 нм.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм.

Бюретки I-1-2-2-0,01 по ГОСТ 29251.

Колбы 2-(1000; 250; 100; 50)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-(10; 5) по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1(3)-250-1 по ГОСТ 1770.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, ч. д. а.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., растворы с массовой долей 56 % и 25 %.

7.9.3 Подготовка к анализу

7.9.3.1 Приготовление реактива для определения фосфатов

Навеску (0,3000 ± 0,0600) г ванадиевокислого аммония растворяют в 220 $см^3$ воды, приливают при перемешивании 280 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. К полученному раствору добавляют (12,50 ± 0,05) г молибденовокислого аммония и тщательно перемешивают до полного растворения соли.

7.9.3.2 Приготовление растворов фосфорнокислого калия

Основной раствор А готовят следующим образом: (1,9176 ± 0,0005) г фосфорнокислого калия растворяют в 1 $дм^3$ воды с добавлением 10 $см^3$ серной кислоты. Раствор содержит 1 мг P_2O_5 в 1 $см^3$.

Раствор Б готовят следующим образом: 10 $см^3$ основного раствора А разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ (1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг P_2O_5). Применяют свежеприготовленный раствор.

7.9.4 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ каждая бюреткой вносят последовательно: 0,2; 0,6; 1,0; 1,4; 1,8; 2,0 $см^3$ раствора Б. Масса P_2O_5 в колбах соответственно равна: 0,02; 0,06; 0,10; 0,14; 0,18; 0,20 мг. В каждую колбу прибавляют 10 $см^3$ раствора реактива для определения фосфатов, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий P_2O_5. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 10 см^3 воды, 10 см^3 реактива для определения фосфатов, затем доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность приготовленных растворов сравнения при длине волны 413 нм (максимум светопоглощения раствора) по отношению к контрольному раствору.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения массы P_2O_5 в растворах сравнения в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

Градуировочный график необходимо проверять ежемесячно по трем-четырем растворам сравнения, а также при замене кювет, фотоэлектроколориметра (спектрофотометра) или после приготовления новых растворов реактивов. Если разность между значениями, полученными по построенному градуировочному графику и полученными по трем-четырем растворам сравнения, выраженная в процентах, превышает 4 %, необходимо вновь построить градуировочный график по пяти-шести вновь приготовленным растворам сравнения.

7.9.5 Проведение анализа

Навеску (0,5000 ± 0,0200) г селитры помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 50 см^3 воды. Если после растворения навески раствор окажется мутным, то прибавляют по каплям раствор азотной кислоты с массовой долей 56 % до исчезновения мутности, доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают. 5 см^3 приготовленного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют 10 см^3 воды, перемешивают, вносят 10 см^3 реактива для определения фосфатов, тщательно перемешивают, доводят объем раствора до метки водой и вновь тщательно перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность приготовленных растворов сравнения при длине волны 413 нм (максимум светопоглощения раствора) по отношению к контрольному раствору.

Оптическую плотность анализируемого раствора определяют по отношению к контрольному раствору, приготовленному так же, как для построения градуировочного графика.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу P_2O_5 в селитре.

7.9.6 Обработка результатов

Массовую долю фосфатов в пересчете на P_2O_5 в сухом веществе X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 250 \cdot 100}{mV(100 - X_1)1000}\,100, \qquad (20)$$

где m_1 — масса P_2O_5, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески селитры, г;

$\frac{100}{(100 - X_1)}$ — коэффициент пересчета массовой доли P_2O_5 на сухое вещество;

V — объем пробы, взятый для анализа, см^3;

X_1 — массовая доля гигроскопической воды в селитре, определяемая методом высушивания по 7.6.1, %.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости, равный 0,05 % при доверительной вероятности P = 0,95.

7.10 Определение pH 10%-ного водного раствора

7.10.1 Аппаратура, посуда, реактивы

pH-метр любого типа со стеклянным электродом с погрешностью измерения ±0,05 pH.

Весы лабораторные общего назначения специального класса точности по ГОСТ 24104.

Цилиндры 1-100-1по ГОСТ 1770.

Стаканы В-2-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, не содержащая углекислоту; готовят по ГОСТ 4517.

7.10.2 Проведение анализа

Навеску (10,00 ± 0,05) г селитры помещают в стакан, растворяют в 90 см^3 воды и измеряют pH раствора на pH-метре.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости, равный 0,1 pH при доверительной вероятности P = 0,95.

7.11 Определение массовой доли веществ, нерастворимых в растворе азотной кислоты с массовой долей 10 %

7.11.1 Аппаратура, посуда, реактивы, растворы

Весы лабораторные общего назначения специального класса точности по ГОСТ 24104.

Термоизлучательная инфракрасная зеркальная лампа ЗС-3 мощностью 500 Вт.

Шкаф сушильный электрический любого типа, обеспечивающий температуру от 40 °С до 200 °С с погрешностью ±2,5 °С.

Тигель ТФ-40 ПОР 16 ХС или воронка ВФ-1-40 ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор с массовой долей 10 %.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

7.11.2 Проведение анализа

Навеску (5,0000 ± 0,0500) г селитры растворяют в 50 см^3 раствора азотной кислоты. Полученный раствор фильтруют под вакуумом через фильтрующую воронку или тигель, предварительно высушенный при температуре от 100 °С до 105 °С и взвешенный. Остаток на фильтре промывают горячей (температурой выше 75 °С) водой до удаления азотной кислоты (фильтрат не должен быть окрашен в розовый цвет при добавлении 2—3 капель индикатора). Фильтр с остатком сушат в сушильном шкафу при температуре от 100 °С до 105 °С до постоянной массы или под инфракрасной лампой в течение 5 мин и взвешивают.

7.11.3 Обработка результатов

Массовую долю веществ, нерастворимых в растворе азотной кислоты с массовой долей 10 %, X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1}{m} 100, \qquad (21)$$

где m_1 — масса сухого остатка, г;

m — масса навески селитры, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости, равный 0,003 % при доверительной вероятности P = 0,95.

7.12 Определение гранулометрического состава

Гранулометрический состав селитры определяют по ГОСТ 21560.1, для этого взвешивают от 170,00 до 250,00 г селитры, подготовленной по ГОСТ 21560.0 (раздел 3). Амплитуда колебания вибростенда — 2,0—2,5 мм, время рассева — 2 мин.

Допускается проводить ручной рассев. При разногласиях в оценке гранулометрического состава продукта определение проводят с оборудованием, указанным в ГОСТ 21560.1.

7.13 Определение статической прочности гранул

Статическую прочность гранул определяют по ГОСТ 21560.2.

При этом пробу селитры, взятую для определения статической прочности гранул, выдерживают при отборе проб у изготовителя в течение 12 ч в закрытой банке при комнатной температуре.

Для испытания выбирают 20 гранул среднего диаметра основной фракции от 2,5 до 3,0 мм, ближе к 3,0 мм.

Недопустимо использовать гранулы, застрявшие в отверстиях, из-за возникающих дефектов гранул при их извлечении.

Статическую прочность гранул в пересчете на гранулу X_7, Н (кгс), вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{P_1 + P_2 + P_3 +, \ldots, + P_{20}}{20}, \qquad (22)$$

где $P_1, P_2, P_3, \ldots, P_{20}$ — сила, необходимая для разрушения одной гранулы, Н (кгс).

7.14 Определение рассыпчатости

Рассыпчатость определяют по ГОСТ 21560.5.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Селитру транспортируют всеми видами транспорта, кроме воздушного, в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на данном виде транспорта.

Железнодорожным транспортом селитру, упакованную в мешки и мягкие контейнеры, перевозят в крытых вагонах повагонными отправками в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на железнодорожном транспорте, «Техническими условиями размещения и крепления грузов в вагонах и контейнерах» и ГОСТ 22235.

В открытых железнодорожных вагонах селитру транспортируют только в специализированных металлических контейнерах в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на железнодорожном транспорте, и ГОСТ 22235.

При транспортировании автомобильным транспортом на транспортное средство следует помещать информационную табличку установленного образца с указанием знака опасности, кода экстренных мер и номера вещества по классификации ООН в соответствии с требованиями правил перевозки опасных грузов, действующих на данном виде транспорта.

Упакованную селитру в таре-оборудовании транспортируют автомобильным транспортом, оборудованным приспособлением для укрытия продукта в кузове.

Специализированные мягкие и металлические контейнеры с селитрой допускается транспортировать автотранспортом без укрытия.

Транспортирование селитры железнодорожным транспортом для экспорта осуществляют согласно требованиям договора (контракта), в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими при международном железнодорожном грузовом сообщении.

8.2 Упакованную селитру транспортируют водным транспортом в закрытых палубных судах. Выступающие части несъемного оборудования должны быть обиты или оклеены бумагой или другими обивочными материалами.

Допускается транспортировать упакованную селитру на палубах грузовых судов с укладкой в штабеля, закрепленные и тщательно укрытые.

8.3 Упакованную селитру хранят в крытых, сухих и чистых складах грузоотправителя (грузополучателя), защищающих продукт от увлажнения.

Допускается хранение селитры в контейнерах грузоотправителя (грузополучателя), в мешках в пакетированном виде, скрепленных полиэтиленовой термоусадочной пленкой, а также в мешках в непакетированном виде на открытых площадках в течение одного месяца после изготовления при условии исключения воздействия прямых солнечных лучей и атмосферных осадков.

Допускается кратковременное (до 15 сут) хранение неупакованной селитры в крытых, чистых, сухих складских помещениях при температуре не выше 30 °С и влажности воздуха не более 50 %.

Хранение и транспортирование селитры проводят отдельно от других материалов и веществ.

При хранении необходимо соблюдать санитарные правила, устанавливающие гигиенические требования к хранению, применению и транспортированию агрохимикатов.

8.4 Транспортирование и хранение селитры, предназначенной для районов Крайнего Севера и приравненных к ним местностей, — по ГОСТ 15846.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие селитры требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения селитры — 6 месяцев со дня изготовления.

УДК 661.525:006.354 МКС 65.080

Ключевые слова: аммиачная селитра, марки, технические требования, аммонийный азот, нитратный азот, безопасность, упаковка, маркировка, приемка, методы анализа, транспортирование, хранение

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 24.06.2014. Подписано в печать 25.07.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,80. Тираж 72 экз. Зак. 2763.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Изменение № 1 ГОСТ 2—2013 Селитра аммиачная. Технические условия

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 47 от 18.06.2015)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 11003

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: BY, KG, KZ, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на аммиачную селитру (нитрат аммония) (далее — селитру), предназначенную для сельского хозяйства, промышленности и экспорта».

Раздел 2 дополнить ссылками:

«ГОСТ 24596.8—81 Фосфаты кормовые. Методы определения мышьяка

ГОСТ 24596.9—81 Фосфаты кормовые. Методы определения свинца

ГОСТ 24596.10—96 Фосфаты кормовые. Методы определения ртути

ГОСТ 24596.11—96 Фосфаты кормовые. Метод определения кадмия

ГОСТ 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути

ГОСТ 30178—96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

ГОСТ 30181.3—94 Удобрения минеральные. Метод определения массовой доли азота в удобрениях, содержащих азот в нитратной форме

ГОСТ 31870—2012 Вода питьевая. Определение содержания элементов методами атомной спектрометрии

ГОСТ 32419—2013 Классификация опасности химической продукции. Общие требования»;

ссылки на ГОСТ 12.4.137—84 и ГОСТ 17.2.3.02—78 и их наименования заменить:

ГОСТ 12.4.137—84 на «ГОСТ 12.4.137—2001 Обувь специальная с верхом из кожи для защиты от нефти, нефтепродуктов, кислот, щелочей, нетоксичной и взрывоопасной пыли. Технические условия»;

ГОСТ 17.2.3.02—78 на «ГОСТ 17.2.3.02—2014 Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями»;

в наименованиях заменить слова:

для ГОСТ 4144—79 «азотнокислый» на «азотисто-кислый»;

для ГОСТ 9336—75 «ванадиевокислый» на «ванадиево-кислый»;

обозначение ГОСТ 18300—87 дополнить знаком сноски*; дополнить сноской — *:

«* На территории РФ действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Раздел 3. Пункт 3.3.5 изложить в новой редакции:

«Технология производства селитры из аммиака и азотной кислоты исключает содержание токсичных элементов и радионуклидов, поэтому для селитры марки Б регламентация их не требуется.

При использовании других технологий производства селитры, в том числе технологии производства селитры из конверсионных растворов, содержание примесей токсичных и опасных элементов в селитре (свинца, мышьяка, кадмия, ртути), природных и техногенных радионуклидов не должно превышать санитарные и гигиенические нормативы, принятые в каждом государстве, и должно быть указано в документе о качестве»;

дополнить пунктом 3.3.7:

«3.3.7 Содержание массовой доли нитратного азота в пересчете на азот в сухом веществе в общей массовой доле нитратного и аммонийного азота (при необходимости) определяют по ГОСТ 30181.3».

Пункт 3.4.5. 22-й абзац изложить в новой редакции:

«Допускается не наносить на маркировку условия хранения и меры безопасности при условии их обязательного указания в документе о качестве»;

дополнить абзацем (после последнего):

«Классификация опасности селитры — по ГОСТ 32419».

Пункт 3.5.2. Заменить слово: «специализированные» на «влагонепроницаемые или влагопрочные» (2 раза).

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2015—09—01.

Раздел 6 дополнить пунктом 6.2:

«6.2 Контроль за содержанием примесей токсичных элементов и уровнем удельной активности радионуклидов проводят периодически (для технологий производства, требующих их регламентации), но не реже одного раза в год, в том числе при государственной регистрации, при изменении состава сырья и изменении технологии производства. Содержание примесей токсичных элементов и уровень удельной активности радионуклидов указывают в документе о качестве на основании протокола испытаний, которые проводят периодически».

Раздел 7 дополнить пунктами 7.15, 7.16:

«**7.15 Определение массовой доли примесей токсичных и опасных элементов**

Массовую долю примесей токсичных и опасных элементов определяют в аккредитованных лабораториях:

кадмия — по ГОСТ 30178 или ГОСТ 24596.11;

свинца — по ГОСТ 30178 или ГОСТ 24596.9;

ртути — по ГОСТ 26927 или ГОСТ 24596.10;

мышьяка — по ГОСТ 31870 или ГОСТ 24596.8.

Допускается применение других методик, метрологически аттестованных в установленном порядке.

7.16 Определение удельной активности техногенных радионуклидов и удельной эффективной активности природных радионуклидов

Определение удельной активности техногенных радионуклидов и удельной эффективной активности природных радионуклидов проводят в аккредитованных лабораториях радиологического контроля по методикам, утвержденным в установленном порядке».

Раздел 8. Пункт 8.1. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Допускается перевозка в полувагонах селитры аммиачной марки Б, затаренной в сертифицированные мягкие контейнеры разового использования.

Допускается перевозка селитры аммиачной марки Б насыпью в специализированных вагонах-хопперах для минеральных удобрений с кузовами из легированной стали или из низколегированной и углеродистой стали с нанесенным внутренним химически стойким антикоррозионным покрытием».

Пункт 8.3. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Допускается хранение селитры на открытых площадках грузоотправителя (грузополучателя) сроком до шести месяцев после изготовления в мягких контейнерах в штабелях высотой не более чем в 2 ряда, в мешках в пакетированном виде, скрепленных полиэтиленовой термоусадочной пленкой, а также в мешках в непакетированном виде в штабелях высотой не выше трех метров при условии хранения на поддонах (высотой не менее 150 мм), укрытия влагозащитными материалами, исключения воздействия прямых солнечных лучей и смешения с органическими продуктами».

(ИУС № 12 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru