УДК 661.183.9

Издание официальное

СССР

Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НАТРИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ (СУЛЬФАТ НАТРИЯ)

Sodium sulphate

ГОСТ 6318—68

Взамен ГОСТ 6318—52

Группа Л14

Настоящий стандарт распространяется на сернокислый натрий, получаемый обезвоживанием природного десятиводного сернокислого натрия — мирабилита.

Сернокислый натрий представляет собой нейтральную безводную натриевую соль серной кислоты. Применяется в качестве сырья в стекольной и целлюлозно-бумажной промышленности, для получения сульфида натрия и синтетических моющих средств.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. По физико-химическим показателям сернокислый натрий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименования показателей	Нормы		
	Высший сорт	I сорт	II сорт
1. Внешний вид	В виде порошка или гранулированный продукт белого цвета, допускается сероватый оттенок		
2. Содержание сернокислого натрия (Na_2SO_4) в %, не менее	99,3	97,5	94
3. Содержание нерастворимого в воде остатка в %, не более	0,5	1,5	4,5
4. Содержание хлоридов в пересчете на хлористый натрий (NaCl) в %, не более	0,2	1,0	2,0
5. Содержание сернокислого кальция ($CaSO_4$) в %, не более	0,05	0,5	1,0
6. Содержание железа (Fe_2O_3) в %, не более	0,01	0,01	0,03
7. Содержание влаги в %, не более	0,5	3	7

Примечание. Нормы, указанные в пп. 2—6, даны в пересчете на сухой (безводный) сернокислый натрий.

Внесен Министерством химической промышленности СССР

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 12/II 1968 г.

Срок введения 1/I 1969 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

1.2. В сернокислом натрии высшего сорта, поставляемом на экспорт, допускается не более 0,1% хлоридов в пересчете на NaCl.

1.3. Сернокислый натрий для получения синтетических моющих средств поставляется высшего сорта с содержанием нерастворимого в воде остатка не более 0,2%.

1.4. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-поставщика. Поставщик должен гарантировать соответствие выпускаемого сернокислого натрия требованиям настоящего стандарта.

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Для контрольной проверки потребителем качества сернокислого натрия, а также соответствия тары, упаковки и маркировки требованиям настоящего стандарта должны применяться правила отбора проб и методы испытаний, указанные ниже.

2.2. Партией считается количество однородного по своим качественным показателям сернокислого натрия, весом не более 300 *т*.

2.3. Пробы отбирают по 5% всех мест отгружаемой партии.

2.4. Пробы отбирают при помощи щупа, погружая его по вертикали на $^4/_5$ глубины мешка. Вес каждой пробы должен быть не менее 200 *г*.

При хранении сернокислого натрия на открытых складах в мешках контрольная проверка должна производиться непосредственно перед отправкой.

Пробы сернокислого натрия, отгружаемые навалом, отбирают пробоотборником при погрузке и разгрузке транспорта. Отбирают не менее 1 пробы на каждые 10 *т* сернокислого натрия при погрузке и разгрузке железнодорожных вагонов и на каждые 20 *т* при погрузке и разгрузке водного транспорта. Вес каждой пробы должен быть не менее 1 *кг*.

2.5. Отобранные пробы соединяют вместе, сокращают до веса средней пробы не менее 0,5 *кг* и помещают в стеклянную банку, с герметической укупоркой или в полиэтиленовый пакет. На банку или пакет наклеивают этикетку с обозначениями: наименования продукта, даты отбора пробы, номера партии, номеров вагонов, наименования теплоходов. Перед испытанием среднюю пробу сернокислого натрия измельчают в фарфоровой ступке до частиц размером не более 0,5 *мм*, тща-

тельно перемешивают и методом квартования сокращают пробу до 50—100 *г*. Измельчение, перемешивание и квартование производят быстро во избежание потери влаги. Полученную среднюю пробу хранят в банке с притертой пробкой.

2.6. При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному из показателей должны проводиться повторные испытания удвоенного количества образцов, взятых от той же партии. Результаты повторных испытаний являются окончательными.

2.7. Внешний вид сернокислого натрия определяют визуально

2.8. Определение содержания сернокислого натрия

2.8.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, плотностью 1,19 *г/см*^{3};

барий хлористый по ГОСТ 4108—65, 10%-ный раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63;

метиловый оранжевый (индикатор) по ГОСТ 10816—64;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

2.8.2. *Проведение испытания*

1 *г* сернокислого натрия взвешивают с точностью до 0,0002 *г* и растворяют при нагревании в 150—200 *мл* воды.

Раствор фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу, вместимостью 500 *мл*. Фильтр пормывают горячей водой до отрицательной реакции на сульфат-ион (проба раствором хлористого бария). По охлаждении фильтрата колбу доливают водой до метки и тщательно перемешивают—раствор А.

Из колбы отбирают пипеткой 25 *мл* раствора А, переносят в стакан вместимостью 300—400 *мл*, доливают водой до 200 *мл* и приливают 1 *мл* соляной кислоты в присутствии метилового оранжевого.

Раствор нагревают до кипения и к кипящему раствору при непрерывном помешивании приливают 7—8 *мл* горячего раствора хлористого бария. Накрывают стакан часовым стеклом и оставляют в течение 1—3 *ч* на горячей водяной бане. После отстаивания осадок фильтруют через плотный беззольный фильтр «синяя лента». Для улучшения условий фильтрования на фильтр добавляется бумажная кашица.

Осадок промывают горячей водой до отрицательной реакции на хлор-ион (проба раствором азотнокислого серебра). Фильтр на воронке подсушивают в сушильном шкафу до слегка влажного состояния, затем помещают его в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный и взвешенный, и прокаливают осадок при 500—600°С до постоянного веса.

Параллельно с определением содержания SO_4 в сернокислом натрии ставят контрольный опыт с дистиллированной водой, в которую вносят все реактивы в том же количестве, как и в испытуемый раствор.

Содержание сернокислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(G_1 - G_0) \cdot 0{,}6086 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{V\,G \cdot (100 - X_4)} - 1{,}044 \cdot X_3,$$

где:

G_1 — вес прокаленного осадка сернокислого бария в *г*;

G_0 — вес осадка в контрольном опыте в *г*;

V — объем пипетки в *мл*;

G — навеска сульфата натрия в *г*;

X_3 — содержание сернокислого кальция, определенное по п. 2.11, в %;

X_4 — содержание влаги, определенное по п. 2.13, в %;

0,6086 — коэффициент пересчета сернокислого бария на сернокислый натрий;

1,044 — коэффициент пересчета сернокислого кальция на сернокислый натрий.

2.9. Определение содержания нерастворимого в воде остатка

Около 10 *г* сернокислого натрия взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помещают в стакан и растворяют при нагревании в 150 *мл* воды. Раствор фильтруют через предварительно высушенный и взвешенный бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 250 *мл*. Остаток на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции на сульфат-ион (проба раствором хлористого бария) и на хлор-ион (проба раствором азотнокислого серебра). По охлаждении фильтрата колбу доливают водой до метки и тщательно перемешивают — раствор Б. Фильтр с промытым нерастворимым остатком в полусвернутом виде помещают во взвешенную бюксу и высушивают в сушильном шкафу при 105°С до постоянного веса.

Содержание нерастворимого в воде остатка (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100 \cdot 100}{G \cdot (100 - X_4)},$$

где:

G — навеска сернокислого натрия в *г*;

G_1 — вес бюксы с фильтром и высушенным нерастворимым остатком в *г*;

G_2 — вес бюксы с сухим фильтром в *г;*

X_4 — содержание влаги, определенное по п. 2.13, в %.

2.10. Определение содержания хлоридов в пересчете на хлористый натрий

2.10.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63, 0,05 н раствор;

калий хромовокислый по ГОСТ 4459—65, 5%-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

2.10.2. *Проведение испытания*

Из раствора Б, приготовленного по п. 2.9, отбирают пипеткой 50 *мл,* переносят в коническую колбу вместимостью 300 *мл,* прибавляют 1 *мл* раствора хромовокислого калия и титруют при энергичном помешивании 0,05 н раствором азотнокислого серебра до появления неисчезающей розовой окраски. Содержание хлорида натрия (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{V \cdot 0{,}002922 \cdot 250 \cdot 100 \cdot 100}{50 \cdot G \cdot (100 - X_4)},$$

где:

V — объем точно 0,05 н раствора $AgNO_3$, израсходованный на титрование, в *мл;*

0,002922 — количество NaCl, соответствующее 1 *мл* точно 0,05 н раствора $AgNO_3$;

G — навеска сернокислого натрия в *г;*

X_4 — содержание влаги, определенное по п. 2.13, в %.

2.11. Определение содержания сернокислого кальция

2.11.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, 10%-ный раствор;

трилон Б (комплексон III, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—63 0,05 н раствор, готовят следующим образом:

9,307 *г* трилона Б растворяют в дистиллированной воде (ГОСТ 6709—53), отфильтровывают от мути в мерную колбу вместимостью 1000 *мл* и доводят объем раствора водой до метки;

калий сернокислый по ГОСТ 4145—65;

мурексид (индикатор) готовят следующим образом: 0,2 *г* мурексида растирают в ступке с 40 *г* сернокислого калия до равномерной розовой окраски (хранить индикатор в темной склянке).

2.11.2. *Проведение испытания*

Из раствора Б, приготовленного по п. 2.9, отбирают пипеткой 50 *мл* раствора, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 *мл,* прибавляют 2—3 *мл* раствора едкого кали, 0,2—0,3 *г* индикатора мурексида и титруют 0,05 н раствором трилона до перехода малиновой окраски раствора в фиолетовую. Титрование производят на белом фоне, изменение окраски происходит постепенно.

Содержание сернокислого кальция (X_3) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{V \cdot 0{,}003403 \cdot 250 \cdot 100 \cdot 100}{50 \cdot G \cdot (100 - X_4)},$$

где:

V — объем точно 0,05 н раствора трилона, израсходованный на титрование, в *мл;*

0,003403 — количество сернокислого кальция, соответствующее 1 *мл* точно 0,05 н раствора трилона;

G — навеска сернокислого натрия в *г;*

X_4 — содержание влаги, определенное по п. 2.13, в %.

2.12. Определение содержания железа

2.12.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—68, 10%-ный раствор;

кислота серная по ГОСТ 4204—66, «х. ч.» плотностью 1,835 *г/см*^{3};

аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 10%-ный раствор;

квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—48, «х. ч.»;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

2.12.2. *Приготовление эталонного и рабочих растворов*

0,6039 *г* железоаммонийных квасцов растворяют в воде, подкисленной 4 *мл* серной кислоты, объем раствора доводят до 1000 *мл.*

1 *мл* эталонного раствора содержит 0,0001 *г* Fe_2O_3.

20 *мл* эталонного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 *мл,* доводят раствор водой до метки и тщательно перемешивают — раствор 1.

60 *мл* эталонного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 *мл,* доводят раствор водой до метки и тщательно перемешивают — раствор 2.

2.12.3. *Проведение испытания*

10 *г* сернокислого натрия взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 100 *мл* воды, раствор нагревают на водяной

бане в течение 1 *ч* и фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 *мл*. Остаток на фильтре промывают горячей водой и доводят объем раствора в колбе до метки. Помещают 25 *мл* полученного раствора в коническую колбу вместимостью 50 *мл*, прибавляют 3 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 8 *мл* раствора аммиака и снова перемешивают.

Продукт считают соответствующим стандарту, если появившаяся окраска испытуемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного следующим образом:

25 *мл* раствора 1 для сернокислого натрия высшего и первого сорта или раствора 2 для сернокислого натрия второго сорта помещают в коническую колбу вместимостью 50 *мл*, прибавляют 3 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, содержимое колбы перемешивают, прибавляют 8 *мл* раствора аммиака и снова перемешивают.

2.13. Определение содержания влаги

Около 10 *г* сернокислого натрия взвешивают с точностью до 0,001 *г* в предварительно высушенной и взвешенной бюксе и сушат в сушильном шкафу при 180—200°С до постоянного веса.

Содержание влаги (X_4) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_4 = \frac{(G - G_1) \cdot 100}{G_2},$$

где:

G — вес бюксы с навеской до сушки в *г*;

G_1 — вес бюксы с навеской после сушки в *г*;

G_2 — навеска сернокислого натрия в *г*.

3. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

3.1. Сернокислый натрий упаковывают в четырехслойные или пятислойные мешки из битумированной или не битумированной крафт-целлюлозной бумаги (ГОСТ 2226—62, ГОСТ 2227—65) при смешанных водно-железнодорожных перевозках — в тканевые мешки 5 категории. Вес нетто мешков 40—50 *кг*.

На каждом мешке должны быть обозначены:

а) название продукта и сорт;

б) номер партии.

По согласованию с потребителем допускается отгружать сернокислый натрий навалом или в контейнерах, поставляемых потребителем.

3.2. Сернокислый натрий транспортируют в чистых сухих закрытых железнодорожных вагонах и закрытых трюмах.

Железнодорожные вагоны должны быть оборудованы щитами на обе двери. Щиты обкладывают плотной бумагой. Двери, люки и вентиляционные отверстия должны быть плотно закрыты.

3.3. Каждая партия, отправляемая в один адрес, должна сопровождаться документом, удостоверяющим качество и соответствие продукта требованиям настоящего стандарта.

Документ должен содержать:

а) наименование и сорт продукта:

б) номера вагонов или наименование теплохода;

в) номер партии и количество мест в партии;

г) вес нетто;

д) результаты проведенных испытаний;

е) номер настоящего стандарта.

3.4. Сернокислый натрий хранят в закрытых складских помещениях, защищенных от попадания влаги.

Замена

ГОСТ 4478—68 введен взамен ГОСТ 4478—51.

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

Зам. министра **Уваров Г. В.**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Отделом химии и нефтепродуктов Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР

Начальник отдела **Поволоцкий Л. И.**

Гл. специалист **Строганова Л. Н.**

Отделом химии и нефтепродуктов ВНИИС

Начальник отдела **Медведева Т. В.**

Инженер **Шнейдер Э. А.**

УТВЕРЖДЕН Комитетом стандартов,и мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР

Зам. председателя Научно-технической комиссии член комитета **Богатов А. В.**

Члены Комиссии — **Поволоцкий Л. И., Гаркаленко К. И., Данило- Медведева Т. В., Павлов Б. Н.**

gost.e-ecolog.ru

Издательство стандартов. Москва, К-1, ул. Щусева, д. 4.
Сдано в наб. 15/VIII 1968 г. Подп. к печ. 23/X 1968 г. 0,5 п. л. Тир. 6000

Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 2992