

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

АММОНИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ КИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 3762—78

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Донецким заводом химических реактивов совместно с ВНИИ химических реактивов и особо чистых химических веществ (ИРЕА)

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. М. Гартюк, В. Н. Корецкая, Л. В. Кидиярова, З. М. Ривина, З. Н. Жукова, И. В. Жарова

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии **В. Ф. Ростунов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР № 1703 от 27 июня 1978 г.

Группа Л51

к ГОСТ 3762—78 Реактивы. Аммоний углекислый кислый. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Таблица. Пункт 1. Графа «Наименование показателя»	не менее	не более

(ИУС № 12 1980 г.)

УДК 546.39'264—384—41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

АММОНИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ КИСЛЫЙ

Технические условия

Reagents. Ammonium hudrogene carbonate. Specifications

ГОСТ 3762—78

Взамен ГОСТ 3762—69

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27 июня 1978 г. № 1703 срок действия установлен

с 01.07 1979 г.
до 01.07 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — кислый углекислый аммоний, представляющий собой мелкие бесцветные кристаллы в массе белого цвета, растворимые в воде.

Формула NH_4HCO_3.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 79,05.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям кислый углекислый аммоний должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.)	Чистый для анализа (ч. д. а)	Чистый (ч.)
1. Массовая доля аммиака (NH_3), %, не менее	21,7	21,7	21,7
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005	0,010
3. Массовая доля нелетучих веществ, %, не более	0,002	0,005	0,010

Издание официальное Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1978

Продолжение

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.)	Чистый для анализа (ч. д. а.)	Чистый (ч.)
4. Содержание органических веществ	Должен выдерживать испытание по п. 3.5		
5. Массовая доля роданидов (CNS), %, не более	0,005	0,005	Не нормируется
6. Массовая доля сульфатов (SO_4) — общее количество сульфатов, тиосульфатов, сульфидов, %, не более	0,002	0,005	0,008
7. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,001	Не нормируется	
8. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0003	0,0005	0,0030
9. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0003	0,0005
10. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,003	Не нормируется	
11. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0005	0,0010

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 550 г.

3.2. Определение массовой доли аммиака

3.2.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 1 н. раствор.

Метиловый красный (индикатор) по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный спиртовой раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 1 н. раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 25 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 200 мл, в который предварительно наливают 100 мл воды, перемешивают, затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, перемешивают до полного растворения препарата, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

20 мл полученного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 мл, прибавляют 30 мл воды и 50 мл рас-

твора соляной кислоты, кипятят до удаления углекислоты (5—6 мин), охлаждают, прибавляют 1—2 капли раствора метилового красного и оттитровывают избыток кислоты раствором гидроокиси натрия до появления желтой окраски.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю аммиака (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}01703 \cdot 100 \cdot 250}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 1 н. раствора соляной кислоты, мл;

V_1 — объем точно 1 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на обратное титрование, мл;

m — масса навески препарата, г;

0,01703 — масса аммиака, соответствующая 1 мл точно 1 н. раствора соляной кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2%.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

3.3.2. *Проведение анализа*

50 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 500 мл и растворяют при нагревании в 300 мл воды. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают в течение 1 ч на кипящей водяной бане, затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают 100 мл горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°С до постоянной массы.

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

для препарата химически чистый — 1,0 мг,

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,

для препарата чистый — 5,0 мг.

3.4. Определение массовой доли нелетучих веществ

50 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и помещают (уплотняя постукиванием) в фарфоровый тигель вме-

стимостью 80 мл, предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Тигель накрывают часовым стеклом и осторожно нагревают на электроплитке до полного исчезновения возгона, осевшего на часовом стекле. Остаток прокаливают в муфельной печи при 300—350°С до постоянной массы.

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

для препарата химически чистый — 1,0 мг,

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,

для препарата чистый — 5,0 мг.

Остаток после прокаливания сохраняют для определения фосфатов по п. 3.8 и кальция по п. 3.11

3.5. Испытание на содержание органических веществ

1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку, осторожно, по каплям, прибавляют 5 мл 25%-ного раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461—77) и выпаривают на водяной бане досуха.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если остаток будет чисто белого цвета.

3.6. Определение массовой доли роданидов

3.6.1. *Реактивы и растворы*

Бумага лакмусовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Квасцы железоаммонийные (железо III—аммоний сернокислый) по ГОСТ 4205—77, насыщенный раствор; готовят по ГОСТ 4919.2—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 20%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 25%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Раствор, содержащий CNS; готовят по ГОСТ 4212—76.

3.6.2. *Проведение анализа*

0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл и растворяют в 15 мл воды. Полученный раствор нейтрализуют раствором соляной кислоты по лакмусовой бумажке, затем прибавляют 0,5 мл раствора серной кислоты и 0,5 мл раствора железоаммонийных квасцов.

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

для препарата химически чистый — 0,0 5 мг CNS,
для препарата чистый для анализа — 0,025 мг CNS, 0,4 г хлористого натрия, 0,5 мл раствора серной кислоты и 0,5 мл раствора железоаммонийных квасцов.

3.7. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 26 мл) и растворяют в 20 мл воды. К раствору прибавляют 0,25 мл бромной воды (готовят по ГОСТ 4517—75) и кипятят в течение 3 мин. Полученный раствор охлаждают, прибавляют от одну каплю 0,2%-ного раствора *п*-нитрофенола, нейтрализуют 10%-ным раствором соляной кислоты, прибавляют 1 мл избытка той же кислоты и кипятят в течение 3 мин. Затем раствор охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1), не прибавляя раствора соляной кислоты.

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

для препарата химически чистый — 0,02 мг,
для препарата чистый для анализа — 0,05 мг,
для препарата чистый — 0,08 мг.

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

3.8. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом остаток, полученный после прокаливания по п. 3.4, растворяют в смеси, состоящей из 1 мл 25%-ного раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118—77) и 10 мл воды, при нагревании на кипящей водяной бане, накрыв тигель часовым стеклом. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор 1 (раствор сохраняют для определения массовой доли кальция по п. 3.11).

10 мл раствора 1 (соответствуют 2 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл (с меткой на 15 мл), прибавляют 1—2 капли 0,2%-ного раствора *п*-нитрофенола (готовят по ГОСТ 4919.1—77), нейтрализуют раствором аммиака, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

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

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ заканчивают фотометрически.

3.9. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 42 мл) и растворяют в 20 мл воды.

Затем осторожно прибавляют 7 мл раствора азотной кислоты и кипятят до удаления углекислоты (около 3 мин). Раствор охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом, не прибавляя раствора азотной кислоты.

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

для препарата химически чистый — 0,006 мг Cl,

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

для препарата чистый — 0,060 мг Cl,

7 мл раствора азотной кислоты и 1 мл раствора азотнокислого серебра.

3.10. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 20 мл), прибавляют 20 мл воды и растворяют при нагревании.

Раствор осторожно упаривают на электроплитке до объема 10 мл, охлаждают, прибавляют 1 мл раствора соляной кислоты и кипятят в течение 3 мин, затем раствор охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

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

для препарата химически чистый — 0,005 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг,

для препарата чистый — 0,025 мг.

Допускается заканчивать определение визуально в объеме 27 мл.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.11. Определение массовой доли кальция

3.11.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Мурексид (аммонийная соль пурпуровой кислоты), 0,05%-ный раствор, годен в течение 2 сут.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 1 н. раствор.

Раствор, содержащий Ca; готовят по ГОСТ 4212—76.

Пробирки из бесцветного стекла вместимостью 20—30 мл типа П1 по ГОСТ 10515—75.

3.11.2. *Проведение анализа*

2 мл раствора 1, приготовленного по п. 3.8 (соответствуют 0,4 г препарата), помещают в пробирку, прибавляют 2 мл воды, 0,5 мл раствора гидроокиси натрия и перемешивают. Затем прибавляют 0,5 мл раствора мурексида и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 3—4 мин в проходящем свете на фоне молочного стекла розовато-фиолетовая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме для препарата химически чистый 0,012 мг Са, 0,5 мл раствора гидроокиси натрия и 0,5 мл раствора мурексида.

Окраска растворов устойчива до 10 мин.

3.12. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 20 мл), растворяют в 50 мл воды, упаривают до объема 20 мл и охлаждают. Затем прибавляют 0,25 мл 25%-ного раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118—77) и кипятят в течение 5 мин.

Раствор охлаждают, доводят объем его водой до метки, прибавляют 1 мл раствора виннокислого калия-натрия, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по лакмусовой бумажке и далее определение проводят тиоацетамидным методом (фотометрически или визуально), не прибавляя раствора виннокислого калия-натрия.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса тяжелых металлов не будет превышать

для препарата химически чистый — 0,025 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг,

для препарата чистый — 0,050 мг.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси тяжелых металлов в результат анализа вносят поправку.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид упаковки Б-1, Б-5п, Б-3п, Б-6.

Группа фасовки: III, IV, V.

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

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях, вдали от нагревательных приборов.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления. По истечении указанного срока препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Кислый углекислый аммоний при нагревании до 49°С разлагается с выделением аммиака и углекислого газа.

Предельно допустимая концентрация аммиака в воздухе рабочей зоны производственных помещений составляет 20 мг/м^3.

Углекислый газ является наркотиком, раздражающим кожу и слизистые оболочки.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (фильтрующий промышленный противогаз, резиновые перчатки).

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией; анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *В. Ю. Смирнова*
Корректор *А. Г. Старостин*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 14 07.78 Подп. в печ. 10.08.78 0,625 п. л. 0,52 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 942