

ГОСТ 3773—72

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

АММОНИЙ ХЛОРИСТЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2007

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.72 № 861
3. В стандарт введен МС ИСО 6353-2—83 (Р. 5) в части квалификации х. ч.
4. ВЗАМЕН ГОСТ 3773—60
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	1а.1
ГОСТ 1625—89	3.2.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.3.1, 3.10.1, 3.1.4
ГОСТ 3118—77	3.10.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4212—76	3.10.1, 3.11.1
ГОСТ 4328—77	3.2.1, 3.10.1, 3.11.1
ГОСТ 4461—77	3.15
ГОСТ 4517—87	3.2.1, 3.10.1, 3.14
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.10.1, 3.11.1
ГОСТ 9147—80	3.15
ГОСТ 10485—75	3.12
ГОСТ 10555—75	3.9
ГОСТ 10671.2—74	3.5
ГОСТ 10671.5—74	3.7
ГОСТ 10671.6—74	3.8
ГОСТ 17319—76	3.13
ГОСТ 18300—87	3.2.1
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.14
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1, 3.10.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 27184—86	3.4

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)
7. ИЗДАНИЕ (июнь 2007 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1980 г., июле 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 3—80, 10—85, 6—90)

Редактор *М.И.Максимова*
 Технический редактор *О.Н.Власова*
 Корректор *Р.А.Ментова*
 Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 22.06.2007. Формат 60×84¹/₈. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93.
 Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 71 экз. Зак. 514.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
 www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
 Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
 Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Реактивы**АММОНИЙ ХЛОРИСТЫЙ****Технические условия****ГОСТ
3773—72**

Reagents. Ammonium chloride. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 2116 0920 01Дата введения 01.07.73

Настоящий стандарт распространяется на хлористый аммоний.

Хлористый аммоний представляет собой белый мелкокристаллический порошок, растворимый в воде.

Формула: NH_4Cl .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 53,49.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

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

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2116 0923 09	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2116 0922 10	Чистый (ч.) ОКП 26 2116 0921 00
1. Массовая доля хлористого аммония (NH ₄ Cl), %, не менее	99,5	99,0	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,002	0,010
3. Массовая доля остатка после прокаливания (в виде сульфатов), %, не более	0,005	0,01	0,02
4. Массовая доля нитратов, хлоратов и других окислителей (NO ₃), %, не более	0,0005	0,0005	Не нормируется
5. (Исключен, Изм. № 3).			
6. Массовая доля сульфатов (SO ₄), %, не более	0,002	0,002	0,002
7. Массовая доля фосфатов (PO ₄), %, не более	0,0003	0,0010	0,0020
8. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0003	0,0010
9. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,001	0,001	0,001
10. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,001	0,001	0,001
11. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00001	0,00001	0,00001
12. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0002	0,0002
13. рН раствора препарата с массовой долей 5 %	4,5—5,5	4,5—5,5	Не нормируется
14. Органические вещества	Испытание по п. 3.15		

Примечание. При газофазном методе получения продукта массовая доля нитратов, хлоратов, фосфатов, кальция, магния, тяжелых металлов обеспечивается в количествах, меньших, чем предусмотрено нормами стандарта, и анализы по пп. 3.5, 3.8, 3.10, 3.11, 3.13 проводятся только по требованию потребителя.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Хлористый аммоний может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожных покровов. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны — 10 мг/м³, класс опасности — 3 (умеренно опасные) по ГОСТ 12.1.007.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1а.2. При работе с препаратом необходимо применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной механической вентиляцией.

Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории. В местах наибольшего пыления предусматривают местные отсосы.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовые доли нитратов, хлоратов и других окислителей, мышьяка и тяжелых металлов изготовитель определяет в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Общая масса средней отобранной пробы должна быть не менее 450 г.

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

3.2. Определение массовой доли хлористого аммония

3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

бюретка 1(2)—2—50—0,1 по НТД;

колба Кн-1—250—19/26 ТХС или Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336;

пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—25;

стаканчик для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770;

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

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) и раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.), готовят по ГОСТ 25794.1;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта;

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

формалин технический по ГОСТ 1625, раствор 1:1, предварительно нейтрализованный по фенолфталеину раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³ до появления не исчезающей в течение 20 с розовой окраски, наблюдаемой на фоне молочного стекла.

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

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,8000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 40 см³ воды, прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина, 25 см³ раствора формалина (пипеткой) и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,5 моль/дм³ до розовой окраски раствора.

3.2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot 0,02674 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески препарата, г;

0,02674 — масса хлористого аммония, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, г.

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

Допустимая абсолютная суммарная погрешность результатов анализа $\pm 0,4$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.2.2; 3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

тигель фильтрующий по ГОСТ 25336 типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16;

стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770.

3.3.2. Проведение анализа

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 200 см³ дистиллированной воды. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают в течение 1 ч на водяной бане и раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

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

для препарата «химически чистый» — 1,0 мг;

для препарата «чистый для анализа» — 1,0 мг;

для препарата «чистый» — 5,0 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата «химически

С. 4 ГОСТ 3773—72

чистый» и «чистый для анализа» — $\pm 45\%$, для препарата «чистый» — $\pm 5\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

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

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливании

Определение остатка после прокаливании проводят по ГОСТ 27184. При этом 20,00 г препарата помещают в платиновый тигель частями и осторожно нагревают на электрической плитке до улетучивания основной массы препарата.

Остаток после прокаливании сохраняют для определения массовых долей кальция по п. 3.10 и магния по п. 3.11.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.5. Определение массовой доли нитратов, хлоратов и других окислителей

Определение проводят по ГОСТ 10671.2. При этом 12,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³) и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки. 10 см³ полученного раствора (соответствует 2,5 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят визуальным методом с применением индигокармина.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора, наблюдаемая через 5 мин на фоне молочного стекла, не будет слабее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме: 2 см³ анализируемого раствора (соответствуют 0,5 г препарата); 0,010 мг NO₃ для препарата «химически чистый»; 0,010 мг NO₃ для препарата «чистый для анализа»; 1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ концентрированной серной кислоты.

3.3—3.5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5.1, 3.5.2. (Исключены, Изм. № 2).

3.6—3.6.2. (Исключены, Изм. № 3).

3.7. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 4,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 100 см³ воды и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой, отбрасывая первую порцию фильтрата. 25 см³ фильтрата (соответствуют 1 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

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

0,02 мг — для препарата «химически чистый»;

0,02 мг — для препарата «чистый для анализа»;

0,02 мг — для препарата «чистый».

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.8. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6. При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³), прибавляют 10 см³ воды 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» — 0,015 мг;

для препарата «чистый для анализа» — 0,050 мг;

для препарата «чистый» — 0,100 мг.

При необходимости, если раствор мутный, в результате определения вносят поправку на величину оптической плотности 25 см³ анализируемого раствора, не содержащего реактива на фосфаты.

Допускается проводить определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят фотометрически.

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

3.9. Определение массовой доли железа

Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555.

При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), растворяют в 25 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

0,010 мг — для препарата «химически чистый»;

0,015 мг — для препарата «чистый для анализа»;

0,050 мг — для препарата «чистый».

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.10. Определение массовой доли кальция

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.10.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

колба 2—200—2 по ГОСТ 1770;

пипетки 6(7)—2—5 и 4(5)—2—1(2);

пробирка П4—15—14/23 ХС по ГОСТ 25336;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

мурексид (аммонийная соль пурпуровой кислоты), раствор с массовой долей 0,05 %, годен в течение 2 сут;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³ (1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1;

раствор, содержащий Са; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,001 мг/см³ Са;

бумага индикаторная универсальная.

3.10.2. Проведение анализа

Остаток после прокаливания, полученный по п. 3.4, растворяют при нагревании на водяной бане в 1 см³ раствора соляной кислоты и 10 см³ воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор А; раствор сохраняют для определения магния по п. 3.11.

5 см³ раствора А (соответствует 0,5 г препарата) помещают пипеткой в пробирку, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), доводят объем раствора водой до 8 см³, прибавляют 1 см³ раствора гидроокиси натрия, перемешивают, добавляют 1 см³ раствора мурексида и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если розовато-фиолетовая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку, наблюдаемая через 1—2 мин в проходящем свете на фоне молочного стекла, не будет интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,005 мг Са;

для препарата «чистый для анализа» — 0,005 мг Са;

для препарата «чистый» — 0,005 мг Са;

1 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ раствора мурексида. Окраска раствора устойчива в течение 10 мин.

3.10.1; 3.10.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.11. Определение массовой доли магния

3.11.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

колба Кн-1—50—14/23 ТХС или Кн-2—50—18 ТХС по ГОСТ 25336;

пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %;

раствор, содержащий Mg; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,001 мг/см³ Mg;

титановый желтый, раствор с массовой долей 0,05 % свежеприготовленный.

3.11.2. Проведение анализа

5 см³ раствора А, приготовленного по п. 3.10 (соответствуют 0,5 г препарата), помещают пипеткой в коническую колбу, прибавляют 0,2 см³ раствора титанового желтого, 2 см³ раствора гидроокиси натрия, доводят объем раствора водой до 10 см³ и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин в проходящем свете на фоне молочного стекла розовато-желтая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,005 мг Mg;

для препарата «чистый для анализа» — 0,005 мг Mg;

для препарата «чистый» — 0,005 мг Mg;

0,2 см³ раствора титанового желтого и 2 см³ раствора гидроокиси натрия.

3.12. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485. При этом 3,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют в 30 см³ воды и далее определение проводят с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде.

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

для препарата «химически чистый» — 0,0003 мг As;

для препарата «чистый для анализа» — 0,0003 мг As;

для препарата «чистый» — 0,0003 мг As;

20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

3.11.1—3.12. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.13. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 5,30 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³), растворяют в 15 см³ воды и далее определение проводят тиоацетамидным методом.

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

0,010 мг — для препарата «химически чистый»;

0,010 мг — для препарата «чистый для анализа»;

0,010 мг — для препарата «чистый».

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.13.1, 3.13.2. (Исключены, Изм. № 2).

3.14. Определение рН раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в стакан Н-1—150 ТХС (ГОСТ 25336), растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), отмеряя воду цилиндром 1(3)—100 (ГОСТ 1770), и измеряют рН раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности ±0,05 рН.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа 0,1 рН при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.15. Испытание реактива на отсутствие органических веществ

1,00 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147), растворяют в 5 см³ раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461) с массовой долей 25 % и выпаривают досуха на водяной бане.

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

3.14; 3.15. (Измененная редакция, Изм. № 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 2—9, 6—1, 6—3, 11—1, 11—4.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

На транспортную тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433 (класс 8, подкласс 8.1, черт. 8, классификационный шифр 8113) и серийный номер ООН 1759.

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

4.2. (Исключен, Изм. № 3).

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

4.4. Препарат хранят в закрытой таре в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

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

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).