

ГОСТ 29336—92  
(ИСО 2993—74)

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

---

**СУЛЬФАТ АММОНИЯ  
ТЕХНИЧЕСКИЙ**

**ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
СОДЕРЖАНИЯ СВОБОДНОЙ КИСЛОТЫ**

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ****СУЛЬФАТ АММОНИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ****Титриметрический метод определения содержания свободной кислоты****ГОСТ  
29336—92****(ИСО 2993—74)**Ammonium sulphate for industrial use.  
Determination of free acid content. Titrimetric methodМКС 71.060.50  
ОКСТУ 2109Дата введения **01.07.93**

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения содержания свободной кислоты, присутствующей в техническом сульфате аммония.

Метод распространяется на продукты, содержащие свободную кислоту, выраженную в виде  $H_2SO_4$ , в количестве, равном или превышающем 0,01 % (по массе).

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

**1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА**

Метод основан на титровании свободной кислоты в пробе для анализа титрованным раствором гидрата окиси натрия в присутствии индикатора.

**2. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И АППАРАТУРА**

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты, нейтральная по отношению к индикатору.

Добавляют несколько капель раствора индикатора к 1000 мл воды и в случае необходимости доводят рН до 5,2—5,6, добавляя раствор гидрата окиси натрия или раствор соляной кислоты.

Гидрат окиси натрия, 0,1 н. титрованный раствор.

*Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., раствор с массовой долей 40 % и молярной концентрацией  $c(NaOH) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.*

*Калий фталевокислый по ТУ 6—09—5169, ч. д. а., или кислота янтарная по ГОСТ 6341, х. ч., перекристаллизованные по ГОСТ 4919.2.*

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

*Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, ч. д. а., спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.*

*Соляная кислота по ГОСТ 3118, х. ч., раствор с массовой долей 40 %, молярной концентрации  $c(HCl) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.*

*Метиловый красный, индикатор, раствор с массовой долей 10 % или другой индикатор с таким же интервалом перехода окраски (рН 5,2—5,6).*

*Допускается использование смешанного индикатора рН 5,4, приготовленного по ГОСТ 4919.1 из спиртового раствора метилового красного по ТУ 6—09—5169, ч. д. а., с массовой долей 0,2 % и спиртового раствора метиленового голубого по ТУ 6—09—29—76, ч. д. а., с массовой долей 0,1 %, приготовленного при слабом нагревании.*

Обычная лабораторная аппаратура.

*Стакан В-1—1000-ТС по ГОСТ 25336.*

## С. 2 ГОСТ 29336—92

Колба 2—250—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка 3—2—25—01 по НТД.

Весы лабораторные общего назначения ВЛР-200 по ГОСТ 24104\* или весы другого типа не ниже второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления не более  $1 \cdot 10^{-4}$  г.

Термометр типа 4-Б-2 по ГОСТ 28498.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» по ТУ 6—09—1678.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

#### 3.1. Проба для анализа

Около 100 г образца для испытания взвешивают с точностью до 0,1 г.

#### 3.2. Приготовление раствора для испытания

Пробу для анализа помещают в химический стакан вместимостью 1000 мл и растворяют ее в 500 мл воды, поддерживая температуру в пределах 20—25 °С. Если раствор мутный, его фильтруют через бумажный фильтр средней плотности. Промывают стакан и фильтр, собирая фильтрат и промывные воды в колбу соответствующей вместимости.

#### 3.3. Титрование

К испытуемому раствору добавляют 3—5 капель раствора индикатора и титруют титрованным раствором гидрата окиси натрия до изменения красно-лилового цвета индикатора на ярко-зеленый.

*Примечание.* Титрование можно также осуществлять с помощью рН-метра.

#### 3.4. Определение поправочного коэффициента к молярной концентрации раствора гидроокиси натрия

При определении поправочного коэффициента к молярной концентрации раствора гидроокиси натрия с  $(\text{NaOH}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> 0,25 г янтарной кислоты или 0,5 г кислого фталевокислого калия (результат измерения записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор янтарной кислоты нагревают до кипения. Затем добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Действительную молярную концентрацию раствора гидроокиси натрия ( $c_0$ ) рассчитывают по формуле

$$c_0 = \frac{m_0 \cdot 1000}{M \cdot V_0},$$

где  $m_0$  — масса навески установочного вещества, г;

$M$  — молярная масса эквивалента установочного вещества, г/моль;

$V_0$  — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование навески, см<sup>3</sup>.

Поправочный коэффициент  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \frac{c_0}{0,1},$$

где 0,1 — номинальная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм<sup>3</sup>.

### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Свободную кислоту, выраженную в процентах по массе серной кислоты ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), ( $X$ ) определяют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,0049}{m_0} \cdot 100 = \frac{0,49 \cdot V}{m_0},$$

\* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

где  $m_0$  — масса пробы для анализа, г;

$V$  — объем титрованного раствора гидрата окиси натрия, израсходованного на титрование, мл;  
 0,0049 — масса серной кислоты, соответствующая 1 мл 0,1 н. титрованного раствора гидрата окиси натрия, г.

4.2. Свободную кислоту, выраженную в процентах по массе серной кислоты ( $H_2SO_4$ ), ( $X$ ) определяют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,0049}{m_0} \cdot 100 = \frac{0,49 \cdot V \cdot K}{m_0},$$

где  $m_0$  — масса пробы для анализа, г;

$V$  — объем титрованного раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — поправочный коэффициент к молярной концентрации раствора гидроокиси натрия;

0,0049 — масса серной кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> 0,1 н. титрованного раствора гидроокиси натрия, г.

Время проведения анализа — 15 мин.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата измерения  $\pm 1,7$  % при доверительной вероятности 0,95 (для массовой доли свободной кислоты 0,1 %).

Оперативный контроль осуществляют по расхождению между результатами параллельных наблюдений.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных наблюдений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,004 %, при доверительной вероятности 0,95 (для массовых долей свободной кислоты 0,050—0,100 %).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Государственным научно-исследовательским и проектным институтом азотной промышленности и продуктов органического синтеза
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта от 30.03.92 № 333

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 2993—74 «Сульфат аммония технический. Титриметрический метод определения содержания свободной кислоты» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

### 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4919.1—77	2
ГОСТ 4919.2—77	2
ГОСТ 6341—75	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 28498—90	2
ТУ 6—09—29—76	2
ТУ 6—09—1678—77	2
ТУ 6—09—5169—84	2
ТУ 6—09—5360—88	2

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2003 г.

Редактор *М.И. Максимова*  
Технический редактор *Л.А. Гусева*  
Корректор *Р.А. Ментова*  
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 24.04.2003. Подписано в печать 15.05.2003. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,40.  
Тираж 86 экз. С 10601. Зак. 130.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.  
<http://www.standards.ru> e-mail: [info@standards.ru](mailto:info@standards.ru)  
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов