



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ
НАТРИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ КИСЛЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 6053—77

Издание официальное

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

БЗ 9—93

Реактивы

НАТРИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ КИСЛЫЙ

ГОСТ

Технические условия

6053—77*

Reagents. Sodium bisulphate.
SpecificationsВзамен
ГОСТ 6053—66

ОКП 26 2112 0860 05

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 8 апреля 1977 г. № 881 срок введения установлен

с 01.01.78

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 17.06.92 № 549

Настоящий стандарт распространяется на кислый сернокислый натрий, который представляет собой бесцветные, слегка гигроскопичные кристаллы, легко растворимые в воде. Водный раствор имеет сильно кислую реакцию.

Формула $\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 138,08.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По химическим показателям кислый сернокислый натрий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (июнь 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1992 г. (ИУС 9—92).

© Издательство стандартов, 1994

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х ч) ОКП 26 2112 0863 02	Чистый для анализа (ч д а) ОКП 26 2112 0862 03	Чистый (ч) ОКП 26 2112 0861 04
1 Массовая доля кислого сернокислого натрия ($\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), %	99—100	98,5—100	98,5—100
2 Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,0025	0,0050	0,0200
3 Массовая доля кремниевой кислоты (SiO_2), %, не более	0,01	0,02	0,04
4 Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,0005	0,0010	0,0020
5 Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,0010	0,0020
6 Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,00025	0,00050	0,00100
7 Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0002	0,0006
8 Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,0010	0,0025	0,0050
9 Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,0002	0,0004	0,0012
10 Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00002	0,00005	0,00010
11 Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,00025	0,00050	0,00050
12 Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,0005	Не нормируется	
13 Массовая доля калия (K), %, не более	0,002	Не нормируется	
14 Массовая доля аммония (NH_4), %, не более	0,0005	Не нормируется	

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

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

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 265 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Определение массовой доли кислого сернокислого натрия

3.2.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Метиловый красный индикатор, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор молярной концентрации точно с $(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

3.2.2. Около 2,0000 г препарата помещают в колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 1—2 капли раствора метилового красного и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до перехода розовой окраски раствора в оранжевую, наблюдаемую на фоне молочного стекла в проходящем свете.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кислого сернокислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,06904 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно с $(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,06904 — масса кислого сернокислого натрия, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно с $(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа в пределах $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$

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

3 3 Определение массовой доли веществ, нерастворимых в воде

3 3 1 *Реактивы, растворы и посуда*

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор с массовой долей 20%

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336—82 типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 1С

Стакан В(Н)-1—600 ТХС по ГОСТ 25336—82

Цилиндр 1(3)—500—2 по ГОСТ 1770—74

3 3 2 *Проведение анализа*

40,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 300 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции на сульфат-ион (проба с раствором хлористого бария) 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 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 2 мг,

для препарата «чистый» — 8 мг

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 50\%$ для квалификации «химически чистый», $\pm 30\%$ для квалификации «чистый для анализа» и $\pm 10\%$ для квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

3 4 Определение массовой доли кремнекислоты

Определение проводят по ГОСТ 10671 1—74. При этом 0,50 г препарата растворяют в 50—60 см³ воды в платиновой чашке (ГОСТ 6563—75), нейтрализуют раствором аммиака по *n*-нитрофенолу, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

20 см³ полученного раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят по способу 1.

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

- для препарата «химически чистый» — 0,010 мг;
- для препарата «чистый для анализа» — 0,020 мг,
- для препарата «чистый» — 0,040 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт, определяя массу кремнекислоты в применяемых реактивах, и при ее обнаружении в результате анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли кремнекислоты анализ заканчивают фотометрически.

35. Определение массовой доли нитратов

Определение проводят по ГОСТ 10671.2—74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 10 см³ воды и далее определение проводят методом с применением индигокармина

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

- для препарата «химически чистый» — 0,005 мг NO₃,
- для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг NO₃,
- для препарата «чистый» — 0,020 мг NO₃,

1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ концентрированной серной кислоты.

36. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 или 50 см³) и растворяют в 30 см³ воды

Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%, и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

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

- для препарата «химически чистый» — 0,010 мг;
- для препарата «чистый для анализа» — 0,020 мг.
- для препарата «чистый» — 0,040 мг.

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

3.7. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74.

При этом 4,00 г препарата квалификации «химически чистый» или 5,00 г препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый» помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 5 см³ воды, по охлаждению осторожно нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760—79) по *n*-нитрофенолу (раствор с массовой долей 0,2%), доводят объем раствора водой до 15 см³ 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» — 0,01 мг;

для препарата «чистый для анализа» — 0,025 мг;

для препарата «чистый» — 0,05 мг.

Допускается проводить определение визуально.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт, определяя массу фосфатов в применяемых реактивах, и при их обнаружении в результате анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят фотометрически.

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555-75. При этом 2,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

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

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

для препарата «чистый» — 0,015 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.3.1—3.8. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9. Определение массовой доли магния

3.9.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30%, не содержащий карбонатов; готовят по ГОСТ 4517—87; раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Раствор, содержащий магний; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Mg.

Титановый желтый (индикатор), раствор с массовой долей 0,05%, свежеприготовленный.

Колба Кн-2—50—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки вместимостью 1 (2) и 5 (10) см³.

Цилиндр 1 (3)—25—2 по ГОСТ 1770—74.

3.9.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 17 см³ воды, прибавляют 0,2 см³ раствора титанового желтого, 3 см³ раствора гидроокиси натрия 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 раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,002 мг Mg,

для препарата «чистый для анализа» — 0,004 мг Mg,

для препарата «чистый» — 0,012 мг Mg,

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

3.10. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 2,50 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют в 30 см³ воды и далее определение проводят методом с применением бромно-ртутной бумаги в солянокислой или сернокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,0005 мг As;

для препарата «чистый для анализа» — 0,00125 мг As;

для препарата «чистый» — 0,0025 мг As;

и соответствующие количества реактивов.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят в сернокислой среде.

3.11. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 4,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 10 см³ воды, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия (х.ч.) по лакмусовой бумаге, доводят объем раствора водой до 20 см³ и далее определение проводят тиацетамидным методом (фотометрически или визуально).

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

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,020 мг;

для препарата «чистый» — 0,020 мг.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт, определяя массу тяжелых металлов в гидроокиси натрия, применяемой для нейтрализации, и при их обнаружении в результате анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ проводят фотометрическим методом.

3.9.1—3.11. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.12. Определение массовой доли алюминия

3.12.1. Реактивы, растворы, посуда

Алюминон, раствор с массовой долей 0,1%, готовят по ГОСТ 4517—87 не менее чем за 1 ч до определения, годен в течение 5 сут.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 10%.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770—75, раствор готовят следующим образом: к 20 г углекислого аммония прибавляют 20 см³ раствора аммиака, 40 см³ воды, растворяют при слабом нагревании, доводят объем раствора водой до 100 см³ и перемешивают.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор с массовой долей 20%.

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор с массовой долей 30%.

Раствор, содержащий Al, готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Al.

Колба Кн-1—50—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка вместимостью 5(10) см³.

Цилиндр 1(3)—50(25)—2 по ГОСТ 1770—74.

3.12.2. Проведение анализа

2,00 г препарата помещают в коническую колбу (с меткой на 15 см³), растворяют в 10 см³ воды, нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге раствором аммиака, доводят объем раствора водой до метки, прибавляют 5 см³ раствора уксусной кислоты, 5 см³ раствора уксуснокислого аммония и 1 см³ раствора алюминона. Через 5 мин прибавляют 10 см³ раствора углекислого аммония и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин в проходящем свете 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» — 0,01 мг Al, 5 см³ раствора уксусной кислоты, 5 см³ раствора уксуснокислого аммония, 1 см³ раствора алюминона и 10 см³ раствора углекислого аммония.

3.13 Определение массовой доли аммония

Определение проводят по ГОСТ 24245—80. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят визуальным методом, применяя раствор гидроксида натрия с массовой долей 10% (вместо 20%).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если даваемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме

для препарата «химически чистый» — 0,01 мг NH₄, 1 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 10% и 1 см³ реактива Несслера.

3.12.1—3.13 (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.13.1, 3.13.2 (Исключены, Изм. № 1).

3.14 Определение массовой доли примеси кальция и кальция

3.14.1 Приборы, оборудование, реактивы и растворы

Фотометр пламенный, а также спектрофотометры на основе спектрографа ИСП-54 (или универсального монохроматора типа УМ-2) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1.

Фотоумножители типа ФЭУ-38, ФЭУ-1.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Горелка.

Пропан-бутан (бытовой в баллоне) или газ из городской сети.

Распылитель.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или вода деминерализованная.

Растворы, содержащие калий и кальций, готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ калия, кальция (раствор А).

Натрий сернокислый кислый, х. ч. с известным содержанием калия и кальция, раствор с массовой долей 10% (раствор Б).

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, необходимо хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка вместимостью 5 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.14.2. Подготовка к анализу

3.14.2.1. Приготовление анализируемых растворов

1,00 г препарата растворяют в воде, помещают в мерную колбу и перемешивают. Объем раствора доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.14.2.2. Приготовление растворов сравнения

Для определения массовой доли примеси калия и кальция в шесть мерных колб вводят по 10 см³ раствора Б и объемы раствора А, указанные в табл. 2.

Таблица 2

Номера растворов сравнения	Объем раствора А см ³	Массовая концентрация в растворе сравнения в виде добавок, мг/100 см ³		Массовая доля примесей в растворе сравнения в пересчете на препарат, %	
		К	Са	К	Са
1	—	—	—	—	—
2	1	0,01	0,01	0,001	0,001
3	2	0,02	0,02	0,002	0,002
4	3	0,03	0,03	0,003	0,003
5	4	0,04	0,04	0,004	0,004
6	5	0,05	0,05	0,005	0,005

Объемы растворов перемешивают, доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.14.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в ацетилено-воздушном пламени (определение примеси калия можно проводить в пламени пропан-бутан-воздух), используя аналитические линии К — 766,5 и Са — 422,7 нм.

После подготовки прибора проводят фотометрирование спектра растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли примесей.

Затем проводят фотометрирование спектра в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для первого раствора сравнения.

3.14.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая интенсивность излучения по оси ординат, массовую долю калия и кальция в процентах в пересчете на препарат — по оси абсцисс.

Массовую долю примесей в препарате находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 20%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.14.2.1—3.14.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 8, подкласс 8.1, черт. 8, классификационный шифр 8173), серийный номер ООН 1821.

Вид и тип упаковки: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9 и 11—1, 11—6, вложенные в картонные навивные барабаны.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Препарат перевозят 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.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие кислото-сернистого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Кислый сернокислый натрий не ядовит, не взрывоопасен, не огнеопасен.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор **Л. И. Нахимова**
Технический редактор **О. Н. Никитина**
Корректор **М. С. Кабашова**

Сдано в наб. 10.08.94. Подп. в печ. 01.09.94 Усл. п. л. 0,93 Усл. кр.-отт. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,80. Тир 567 экз. С 1613.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 224