

9337-79



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

**НАТРИЙ ФОСФОРНО-КИСЛЫЙ
12-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 9337-79

Издание официальное



ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

Б3 6-92 225>

Реактивы

НАТРИЙ ФОСФОРНО-КИСЛЫЙ
12-ВОДНЫЙ

Технические условия

Reagents. Sodium phosphate
12-aqueous. Specifications

ГОСТ

9337—79

ОКП 26 2112 1150 02

Срок действия с 01.07.80
до 01.07.95

Настоящий стандарт распространяется на 12-водный фосфорно-кислый натрий, который представляет собой белые кристаллы, легкорастворимые в воде.

Формула $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 380,12.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 12-водный фосфорно-кислый натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям 12-водный фосфорно-кислый натрий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Издание официальное



Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1980

© Издательство стандартов, 1993

Переиздание с изменениями

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.в.)	Чистый (%)
	ОКП 26 2112 1152 00	ОКП 26 2112 1151 01
1. Массовая доля 12-водного фосфорно-кислого натрия ($Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$), %, не менее	99	98
2. Массовая доля свободной щелочи ($NaOH$), %, не более	1,5	2,0
или двузамещенного фосфорно-кислого натрия (Na_2HPO_4), %, не более	0,8	1,0
3. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,010
4. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001	0,004
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,01
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,001
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0005
9. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00005	0,0005

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. 12-водный фосфорно-кислый натрий может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

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

2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3.2. Определение массовой доли общего азота предприятие-изготовитель проводит по требованию потребителя, определение массовой доли тяжелых металлов — в каждой десятой партии, а для предприятий медицинской промышленности — в каждой партии.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г, ВЛКТ-500г-М и ВЛР-1 кг или ВЛЭ-200г.

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

4.2. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 130 г.

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Определение массовой доли 12-водного фосфорно-кислого натрия, свободной щелочи и двузамещенного фосфорно-кислого натрия

4.3.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1%, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта.

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Электроды — стеклянный и хлор-серебряный (или насыщенный каломельный).

Мешалка магнитная.

Бюretка 1(2)—2—25(50)—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Стакан Н-1(2)—150 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74.

4.3.2. *Проведение анализа*

Около 2,0000 г препарата помещают в стакан, растворяют в 50 см³ воды и титруют из бюretки при перемешивании раствора магнитной мешалкой, сначала раствором соляной кислоты, используя в качестве измерительного электрода — стеклянный, в качестве электрода сравнения — хлорсеребряный или каломель-

ный до pH 4,4, а затем — раствором гидроокиси натрия до pH 9,2.

Удвоенный объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование до pH 9,2, сравнивают с объемом раствора соляной кислоты, израсходованным на титрование до pH 4,4. По меньшему из этих объемов вычисляют массовую долю 12-водного фосфорно-кислого натрия.

4.3.3. Обработка результатов

Массовую долю 12-водного фосфорно-кислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,09503 \cdot 100}{m}$$

или

$$X = \frac{2V_1 \cdot 0,09503 \cdot 100}{m},$$

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

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,09503 — масса 12-водного фосфорно-кислого натрия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты или 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 0,6%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа при титровании соляной кислотой $\pm 0,6\%$, при титровании гидроокисью натрия $\pm 1\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$;

Если объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, больше удвоенного объема раствора гидроокиси натрия, то препарат содержит свободную щелочь.

Массовую долю свободной щелочи (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(\bar{V} - 2V_1) \cdot 0,02000 \cdot 100}{m},$$

где 0,02000 — масса гидроокиси натрия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,5 моль/дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

Если израсходованный на титрование объем раствора соляной кислоты меньше удвоенного объема раствора гидроокиси натрия, то препарат содержит двузамещенный фосфорно-кислый натрий.

Массовую долю двузамещенного фосфорно-кислого натрия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(2V_1 - V) \cdot 0,07098 \cdot 100}{m},$$

где 0,07098 — масса двузамещенного фосфорно-кислого натрия, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

Допускается проводить определение с индикацией первой эквивалентной точки по метиловому оранжевому, второй — по фенолфталеину. При этом перед титрованием по фенолфталеину к анализируемому раствору прибавляют 4 г хлористого натрия.

4.3.1—4.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.4.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336—82 типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.

Стакан В(Н)-400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74.

4.4.2. Проведение анализа

20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 200 см³ горячей воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают раствор 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 100 см³ 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 чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 45\%$ для препарата квалификации «чистый для анализа» и $\pm 30\%$ для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.4.1, 4.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.5. Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4-74. При этом 2,00 г препарата чистый для анализа или 1,00 г препарата чистый помещают в круглодонную колбу, растворяют в воде и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,04 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота анализ проводят фотометрическим методом.

4.6. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 150 см³ (с меткой на 100 см³) по ГОСТ 25336-82, растворяют в 15 см³ воды, прибавляют 1—2 капли раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2% (готовят по ГОСТ 4919.1-77) и нейтрализуют раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают — раствор А. Если раствор мутный, его фильтруют через промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

15 см³ раствора А (соответствуют 0,3 г препарата) помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют пипеткой 10 см³ воды и перемешивают. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1), прибавляя вместо раствора крахмала 5 см³ этилового спирта (ГОСТ 18300-87).

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 чистый для анализа — 0,01 мг SO₄,

для препарата чистый — 0,02 мг SO_4^{2-} ,
 5 см³ раствора А (соответствует 0,1 г препарата), 1 см³ раствора соляной кислоты, 5 см³ этилового спирта и 3 см³ раствора хлористого бария.

4.7. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7-74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 40 или 50 см³), растворяют в 30 см³ воды, к полученному раствору прибавляют 5 см³ раствора азотной кислоты и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, не прибавляя раствора азотной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,
 для препарата чистый — 0,050 мг.

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

4.5-4.7. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.8. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555-75. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом, прибавляя 2,5 см³ раствора соляной кислоты вместо 1 см³.

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

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,
 для препарата чистый — 0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.9. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319-76. При этом 3,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ с притертой или резиновой пробкой, растворяют в 30 см³ воды и далее определение проводят сероводородным методом, прибавляя 1,5 см³ уксусной кислоты вместо 1 см³ и не прибавляя раствор уксусно-кислого аммония.

Препарата считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора

не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг Pb,
для препарата чистый — 0,015 мг Pb,

1 см³ уксусной кислоты и 10 см³ сероводородной воды.

4.10. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485-75 визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде из навески 0,50 г.

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

для препарата чистый для анализа — 0,00025 мг As,
для препарата чистый — 0,0025 мг As,

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с требованиями ГОСТ 3885-73.

Вид и тип тары: 2-1, 2-2, 2-4, 2-9.

Группа фасовки: V, VI.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 12-водного фосфорно-кислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г. В. Грязнов, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, З. М. Ривина, Е. К. Богомолова, Л. В. Киднярова, И. В. Жарова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.10.79 № 4082

3. ВЗАМЕН ГОСТ 9337-74

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770-74	4.3.1, 4.4.1
ГОСТ 3118-77	4.3.1
ГОСТ 3885-73	3.1, 4.2, 5.1
ГОСТ 4233-77	4.3.1
ГОСТ 4328-77	4.3.1
ГОСТ 4919.1-77	4.3.1, 4.6
ГОСТ 6709-72	4.3.1, 4.4.1
ГОСТ 10485-75	4.10
ГОСТ 10555-75	4.8
ГОСТ 10671.4-74	4.5
ГОСТ 10671.5-74	4.6
ГОСТ 10671.7-74	4.7
ГОСТ 17319-76	4.9
ГОСТ 18300-87	4.3.1, 4.6
ГОСТ 20292-74	4.3.1
ГОСТ 25336-82	4.3.1, 4.4.1, 4.6
ГОСТ 25794.1-83	4.3.1
ГОСТ 27025-86	4.1

5. Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 11.12.89 № 3651

6. Переиздание (апрель 1993 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1981 г. и декабре 1989 г. (ИУС 7-81, 3-90)

Редактор *Т. Б. Исмаилова*

Технический редактор *В. Н. Прусакова*

Корректор *В. М. Смирнова*

Сдано в набор 27.04.93. Подл. в печ. 19.07.93. Усл. печ. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70.
Уч.-изд. л. 0,76. Тир. 999 экз. С 374.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип. «Московский печатник», Москва, Ляляки пер., 6. Зак. 292