

изд. № 12-90



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

**АММОНИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ
3-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 10651—75

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

Реактивы
АММОНИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ 3-ВОДНЫЙ
Технические условия

Reagents
Ammonium phosphate 3-aqueous
Specifications

ГОСТ
10651-75*

Взамен
ГОСТ 10651-63

ОКП 26 2116 0850 09

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 мая 1975 г. № 1215 срок введения установлен

с 01.07. 1976 г.

Проверен в 1980 г. Срок действия продлен

до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на 3-водный фосфорнокислый аммоний, представляющий собой бесцветные кристаллы; растворим в воде.

Формула $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 203,13.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. 3-водный фосфорнокислый аммоний должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По химическим показателям 3-водный фосфорнокислый аммоний должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание апрель 1981 г. с Изменением № 1, утвержденным в январе 1981 г. (ИУС 4—1981 г.).

© Издательство стандартов, 1981

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.)	Чистый (ч.)
	ОКП 26 2116 0852 07	ОКП 26 2116 0851 08
1. 3-водный фосфорнокислый аммоний $[(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$, %, не менее	98	95
2. Нерастворимые в воде вещества, %, не более	0,003	0,005
3. Нитраты (NO_3), %, не более	0,001	Не нормируется
4. Сульфаты (SO_4), %, не более	0,005	0,01
5. Хлориды (Cl), %, не более	0,0005	0,0005
6. Железо (Fe), %, не более	0,001	0,001
7. Тяжелые металлы (Pb), %, не более	0,0005	0,0005
8. Мышьяк (As), %, не более	0,0002	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 СТ СЭВ 804—77.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 250 г.

3.2. Определение содержания 3-водного фосфорнокислого аммония

3.2.1. Применяемые реагенты и растворы:

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517—75;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,5 н. и 0,1 н. растворы; фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

формалин технический по ГОСТ 1625—75, нейтрализованный по фенолфталеину 0,1 н. раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт.

3.2.2. Проведение анализа

Около 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, рас-

творяют в 40 см³ воды, прибавляют 25 см³ формалина, 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют 0,5 н. раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски.

3.2.3. Обработка результатов

Содержание 3-водного фосфорнокислого аммония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,05079 \cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 0,5 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,05079 — количество 3-водного фосфорнокислого аммония, соответствующее 1 см³ точно 0,5 н. раствора гидроокиси натрия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,6 абс. %.

3.3. Определение содержания нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Применяемые растворы 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 см³ и растворяют в 250 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 1 ч. 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 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 1,5 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

3.4. Определение содержания нитратов проводят по ГОСТ 10671.4—74 методом с применением индигокармина из навески массой 1 г.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин окраска анализируемого раствора не будет слабее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг NO_3 ,
1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина
и 12 см³ концентрированной серной кислоты.

3.5. Определение содержания сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5—74 визуально-нефелометрическим методом (способ 1). При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 0,7 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и растворяют в 20 см³ воды. К раствору прибавляют 1—2 капли 0,2%-ного раствора паранитрофенола, раствор соляной кислоты до исчезновения окраски и затем еще 1 см³. Если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой.

Объем раствора доводят водой до 26 см³, далее определение проводят по ГОСТ 10671.5—74, прибавляя 5 см³ спирта вместо 3 см³ раствора крахмала.

Препарата 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 0,025 мг SO_4 и чистый 0,05 мг SO_4 , 0,2 г препарата, нейтрализованного по паранитрофенолу раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора, 1 см³ раствора соляной кислоты, 5 см³ спирта и 3 см³ раствора хлористого бария.

3.6. Определение содержания хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74 фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 5 см³ 25%-ного раствора азотной кислоты, если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый 1%-ным горячим раствором азотной кислоты, и доводят объем раствора водой до 42 см³, далее определение проводят по ГОСТ 10671.7—74.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,01 мг.

При необходимости в результат определения вносят поправку на содержание хлоридов в применяемом количестве азотной кислоты.

При разногласиях в оценке содержания хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.7. Определение содержания железа проводят по ГОСТ 10555—75 сульфосалициловым методом. При этом подготовку к

анализу проводят следующим образом: 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 3 см³ раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 5 мин.

Раствор охлаждают и далее определение проводят по ГОСТ 10555—75.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,01 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке содержания железа анализ заканчивают фотометрически.

3.8. Определение содержания тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319—76 сероводородным методом. При этом подготовку проводят следующим образом: 4 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 30 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 17319—76, прибавляя 5 см³ уксусной кислоты (вместо 1 см³) и не прибавляя раствор уксуснокислого аммония.

Препарат 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 — 0,02 мг Pb,

для препарата чистый — 0,02 мг Pb,

5 см³ уксусной кислоты и 10 см³ сероводородной воды.

3.9. Определение содержания мышьяка проводят по ГОСТ 10485—75 арсновым методом (способ 2) из навески массой 0,5 г.

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

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг As, 20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора двуххлористого олова и 5 г цинка.

3.5—3.9. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: Б-1, Б-5п, Б-3п, Б-6.

Группа фасовки: V.

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. Готовый препарат должен быть принят техническим контролем предприятия-изготовителя. Изготовитель должен гарантировать соответствие 3-водного фосфорнокислого аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения препарата, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — восемь месяцев со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения препарат перед использованием проверяется на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 3-водный фосфорнокислый аммоний (в больших количествах) может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

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

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

Редактор Р. Г. Говердовская

Технический редактор Ф. И. Шрайбштейн

Корректор В. А. Ряукайте

Сдано в наб. 15.10.81 Подп. в печ. 12.11.81 0,5 п. л. 0,37 уч.-изд. л. Тир. 6000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., д. 3.
Бильиусская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14, Зак. 3949

Изменение № 2 ГОСТ 10651—75 Реактивы. Аммоний фосфорнокислый 3-водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.09.90 № 2554

Дата введения 01.03.91

Вводная часть. Исключить слова: «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для первой категории качества».

Пункт 1.1. Таблица. Графу «Наименование показателя» изложить в новой редакции: «1. Массовая доля 3-водного фосфорнокислого аммония $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \times 3\text{H}_2\text{O}$, %, не менее

2. Массовая доля не растворимых в воде веществ, %, не более

(Продолжение см. с. 104)

103

(Продолжение см. с. 104)

3. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более
8. Массовая доля мышьяка (As), %, не более».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовую долю хлоридов, железа и тяжелых металлов изготовитель определяет периодически в каждой 10-й партии».

Пункт 3.1а изложить в новой редакции: «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

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

(Продолжение см. с. 105)

104

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реагентов по качеству не ниже указанных».

Пункт 3.1. Заменить слова: «не должна быть» на «должна быть не».

Пункт 3.2. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.2.1. Нанименование изложить в новой редакции; дополнить абзацами (перед первым):

«3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

бюветка 1(2) — 2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74;

колба Кн-2—250—34(40) ТХС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1(3) — 25(50) по ГОСТ 1770—74»;

первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87;

второй абзац. Заменить слова: «0,5 н. и 0,1 н. раствор» на «растворы концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ (0,5 н.) и $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

третий абзац изложить в новой редакции: «фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77»;

четвертый абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствором гидроокиси натрия» на «раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³»;

пятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.2.2 изложить в новой редакции: «Около 1,0000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 40 см³ воды, прибавляют 25 см³ формалина, 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюветки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,5 моль/дм³ до появления розовой окраски».

Пункт 3.2.3. Первый абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

экспликацию к формуле изложить в новой редакции:

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

t — навеска препарата, г;

0,05079 — масса 3-водного фосфорниксилого аммония, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, г;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,6 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5 \%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункты 3.3, 3.3.1 изложить в новой редакции:

«3.3. Определение массовой доли не растворимых в воде веществ

3.3.1. Аппаратура и реактивы:

стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82;

тигель фильтрующий ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1(3) — 250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 250 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают в течение 1 ч на водяной бане, затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания тигля 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 °C до постоянной массы»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата «чистый для анализа» $\pm 40 \%$, для препарата «чистый» $\pm 30 \%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «3.4. Определение массовой доли нитратов проводят по ГОСТ 10671.2-74 методом с применением индигокармина из навески массой 1,00 г»;

третий абзац. Заменить значение: 0,01 на 0,010.

Пункт 3.5. Первый абзац изложить в новой редакции:

«3.5. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5-74 визуально-нефелометрическим методом (способ 1). При этом 0,70 г помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 26 см³) и растворяют в 20 см³ воды. К раствору прибавляют 1-2 капли раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1-77), раствор соляной кислоты до исчезновения окраски и затем еще 1 см³. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой»;

второй абзац. Заменить слова: «до 26 см³» на «до метки»;

последний абзац. Заменить слова: «0,2 г препарата, нейтрализованного по паранитрофенолу» на «0,20 г препарата, нейтрализованного по *n*-нитрофенолу».

Пункт 3.6. Первый абзац изложить в новой редакции: «3.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7-74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 и 50 см³), растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %, и доводят объем раствора водой до 30 см³. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом»;

второй абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса»;

третий, четвертый абзацы. Заменить значение: 0,01 на 0,010;

пятый абзац. Заменить слово: «содержание» на «массу»;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «3.7. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555-75 сульфосалициловым методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 3 см³ раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 5 мин»;

третий абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса»;

четвертый, пятый абзацы. Заменить значение: 0,01 на 0,010;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.8. Первый абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли», «4 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «4,00 г препарата»;

третий, четвертый абзацы. Заменить значение: 0,02 на 0,020.

Пункт 3.9. Первый абзац изложить в новой редакции: «3.9. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485-75 методом с применением бромнортутистой бумаги в сернокислой среде из навески 0,50 г»;

второй абзац. Заменить слова: «бромно-ртутистой бумаги» на «бромнортутистой бумаги» (2 раза);

третий абзац. Заменить значение: 0,001 на 0,0010.

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2-1, 2-2, 2-4, 2-9».

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции:

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие З-водного фосфорнокислого аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — восемь месяцев со дня изготовления».

Пункт 6.3. Исключить слово: «механической».