

Изменение № 3 ГОСТ 4172—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 27.09.91 № 1507

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта на английском языке изложить в новой редакции: «Reagents. Disodium hydrogen phosphate dodecahydrate. Specifications».

Вводная часть. Третий абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 358,14»; последний абзац изложить в новой редакции: «Требования настоящего стандарта являются обязательными»;

дополнить абзацем: «Допускается изготовление 12-водного двузамещенного фосфорнокислого натрия по международному стандарту ИСО 6353/2—83 (Р.33) (см. приложение 1) и проведение анализов по международному стандарту ИСО 6353/1—82 (см. приложение 2)».

Пункт 1.1. Таблица. Графа «Наименование показателя». Показатели 3, 11 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля общего азота (N), %, не более; 11. pH раствора препарата с массовой долей 5 %»;

показатель 8 со всеми относящимися к нему нормами исключить.

Пункт 2а.3. Заменить слова: «общей приточно-вытяжной вентиляцией» на «непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией».

Пункт 3.1а. Последний абзац изложить в новой редакции: «При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или типа ВЛЭ-200 г»;

дополнить абзацем: «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».

Пункт 3.1. Заменить значение: 650 г на 300 г.

Пункт 3.2.1. Пятый абзац изложить в новой редакции: «Иономер универсальный ЭВ-74»;

восьмой абзац исключить.

Пункт 3.2.2. Второй абзац. Заменить слова: «однозамещенного фосфорнокислого натрия» на «2-водного однозамещенного фосфорнокислого натрия».

Пункт 3.2.3. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не превышает 0,5 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,6\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Пятый, шестой абзацы исключить.

Пункт 3.3.2. Последний абзац изложить в новой редакции: «Допускаемая

(Продолжение см. с. 80)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4172—76)

относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 30\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 3.4. Наименование изложить в новой редакции: «3.4. Определение массовой доли общего азота»;

первый абзац. Заменить слова: «Массовую долю азота» на «Массовую долю общего азота»; «круглодонную колбу» на «круглодонную колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией»;

второй абзац. Заменить слова: «масса азота» на «масса общего азота».

Пункт 3.5. Первый абзац. Заменить слова: «по 0,2 %-ному раствору паранитрофенола» на «по раствору п-нитрофенола с массовой долей 0,2 %», «беззольный фильтр» на «обеззоленный фильтр»;

второй абзац. Заменить слово и ссылку: «помещают» на «отмеряют бюреткой»; ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить слова: «(в объеме 50 см³)» на «(способ 2)», «(в объеме 40 см³)» на «(способ 2)»;

второй абзац. Заменить значение: 0,4 г на 0,40 г;

четвертый—шестой абзацы. Заменить значения: 0,01 мг на 0,010 мг; 0,02 мг на 0,020 мг; 0,10 мг на 0,100 мг.

Пункт 3.7. Первый абзац. Исключить слова: «(с меткой на 50 см³)»; после слова «охлаждают» дополнить словами: «далее определение проводят по ГОСТ 10555—75»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «При необходимости в результате анализа вносят поправку на массу железа в применяемом объеме соляной кислоты».

Пункты 3.9, 3.9.1, 3.9.2 исключить.

Пункт 3.10. Первый абзац. Заменить значение: 1,0 г на 1,00 г;

второй абзац изложить в новой редакции: «Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумаги при взаимодействии с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги при взаимодействии с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме»;

третий абзац. Заменить значение: 0,00040 мг на 0,0004 мг.

Пункт 3.11. Первый абзац. Заменить слово: «притертой» на «пришлифованной»;

после слов «водой до 30 см³» дополнить словами: «далее определение проводят по ГОСТ 17319—76».

Пункт 3.12. Наименование изложить в новой редакции: «3.12. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %»;

заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87;

исключить слова: «или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности $\pm 0,05$ pH»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,1$ pH при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.1. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «Вид и типы: 2-1, 2-2, 2-4, 2-9, 6-1, 11-6».

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

(Продолжение см. с. 81)

ИСО 6353/2—83 «Реактивы для химического анализа. Часть 2. Технические условия — Первая серия»

Р.33. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный

Относительная молекулярная масса: 358,14

Р.33.1. Технические требования

Массовая доля 12-водного двузамещенного фосфорнокислого натрия	99—102
pH раствора препарата с массовой долей 5 %	9,0—9,4
Массовая доля хлоридов (Cl), % не более	0,001
Массовая доля сульфатов (SO ₄), % не более	0,005
Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,002
Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005
Массовая доля калия (K), %, не более	0,01

Р.33.2. Приготовление испытуемого раствора

20 г препарата растворяют в воде и разбавляют до 200 см³ (раствор должен быть прозрачным и бесцветным).

Р.33.3. Методы анализа

Р.33.3.1. Определение массовой доли 12-водного двузамещенного фосфорнокислого натрия

Около 10,0000 г препарата взвешивают и растворяют в 200 см³ воды, не содержащей углекислого газа. Проводят потенциметрическое титрование раствором серной кислоты $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³ до pH=4,4, используя стеклянный индикаторный электрод.

1,00 см³ раствора серной кислоты $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³ соответствует 0,35814 г Na₂HPO₄·12 H₂O.

Р.33.3.2. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %.

Величину pH раствора препарата с массовой долей 5 % определяют в соответствии с ОМ 31.1*, используя стеклянный индикаторный электрод.

Р.33.3.3. Определение массовой доли хлоридов

10 см³ испытуемого раствора (Р.33.2) анализируют в соответствии с ОМ 2.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см³ хлоридного раствора сравнения II (1 см³=0,001 % Cl).

Хлоридный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.33.3.4. Определение массовой доли сульфатов

20 см³ испытуемого раствора (Р.33.2) нейтрализуют раствором соляной кислоты с массовой долей 25 % и анализируют в соответствии с ОМ 3.

Готовят контрольный раствор, используя 10 см³ сульфатного раствора сравнения II (10 см³=0,005 % SO₄).

Сульфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,81 г K₂SO₄ растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

* ОМ — здесь и далее общие методы анализа по ИСО 6353/1—82 (см. приложение 2)

Р.33.3.5. Определение массовой доли общего азота

10 см³ испытуемого раствора (Р.33.2) анализируют в соответствии с ОМ 6.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см³ азотсодержащего раствора сравнения II (2 см³ = 0,002 % N).

Азотсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 6,07 г NaNO₃ растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.33.3.6. Определение массовой доли тяжелых металлов

6 г препарата растворяют в 15 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 % и разбавляют до 30 см³.

Берут 20 см³ этого раствора, доводят pH до 4 и анализируют в соответствии с ОМ 7.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см³ свинецсодержащего раствора сравнения II (2 см³ = 0,0005 % Pb).

Свинецсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: к 1,60 г Pb(NO₃)₂ добавляют 1 см³ HNO₃, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.33.3.7. Определение массовой доли железа

40 см³ испытуемого раствора (Р.33.2) разбавляют 20 см³ воды, прибавляют 3 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, кипятят в течение 5 мин, затем смешивают с 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и 5 см³ раствора аммиака.

Интенсивность желтой окраски анализируемого раствора не должна превышать интенсивности окраски контрольного раствора, приготовленного с использованием 2 см³ железосодержащего раствора сравнения II (2 см³ = 0,0005 % Fe).

Железосодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: к 8,63 г NH₄Fe(SO₄)₂·12 H₂O добавляют 10 см³ раствора H₂SO₄ с массовой долей 25 %, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.33.3.8. Определение массовой доли калия

Определение проводят методом пламенной фотометрии в соответствии с ОМ 30 при следующих условиях:

Обозначение элемента	Концентрация раствора, %	Состав горючей смеси	Длина волны, нм
К	1	Кислород-ацетилен	766,5

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353/1—82 «Реактивы для химического анализа Часть 1. Общие методы испытаний» (ОМ)

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Указанный объем (Р.33.3.3) анализируемого раствора подкисляют 1 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 см³ раствора нитрата серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %.

(Продолжение см. с. 83)

Смесь отстаивают 2 мин, после чего сравнивают ее опалесценцию с опалесценцией смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.3. Определение массовой доли сульфатов (ОМ 3)

0,25 см³ раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в 30 %-ном (по объему) этаноле смешивают с 1 см³ раствора 2-водного хлорида бария с массовой долей 25 % (затравочный раствор). Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем (Р.33.3.4) испытуемого раствора, предварительно подкисленного 0,5 см³ раствора соляной кислоты.

Смесь отстаивают в течение 5 мин и сравнивают ее помутнение с помутнением смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.6. Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему (Р.33.3.5) испытуемого раствора, разбавленному при необходимости до объема 140 см³ в приборе Кьельдаля, состоящего из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Дебарда или алюминиевой проволоки. Смесь отстаивают в течение 1 ч. Отгоняют 75 см³ реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Добавляют 3 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 %, 2 см³ реактива Несслера и разбавляют водой до объема 100 см³.

Сравнивают интенсивность желтой окраски полученного раствора с интенсивностью окраски раствора, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.7. Определение массовой доли тяжелых металлов (в виде Pb) (ОМ 7)

К указанному объему (Р.33.3.6) испытуемого раствора добавляют 0,2 см³ раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % и насыщают раствор сероводородом или добавляют соответствующее количество водного раствора сероводорода.

Сравнивают интенсивность коричневой окраски полученного раствора с интенсивностью окраски раствора, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.30. Пламенная фотометрия (ОМ 30)

5.30.1. Общие указания

Этот метод основан на измерении интенсивности светового излучения, испускаемого некоторыми атомами при переходе из возбужденного состояния в состояние с более низкой энергией. Атомы переходят в возбужденное состояние в пламени, создаваемом подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение. Интенсивность испускаемого атомами излучения измеряют с помощью подходящей фотометрической системы либо с монохроматором, либо с фильтрами.

Примечание. Могут быть использованы отличные от указанных в описаниях смеси газов для пламени, при этом может возникнуть необходимость соответственно изменить рекомендованные в этих же описаниях концентрации растворов.

5.30.2. Методика анализа

Методика анализа сходна с методикой атомно-абсорбционной спектроскопии и здесь также возможно дать лишь общие указания. Условия для каждого конкретного анализа можно найти в описаниях, касающихся анализируемого реактива.

5.31. Потенциометрия (ОМ 31)

5.31.0. Общие указания

В основе потенциометрических методов обычно лежит измерение электродвижущей силы гальванического элемента, состоящего из следующих элементов и полуэлементов:

(Продолжение см. с. 84)

а) индикаторный электрод, погруженный в анализируемый раствор. Его потенциал зависит от природы анализируемого вещества и от концентрации анализируемого раствора;

в) электрод сравнения, характеризующийся постоянной величиной потенциала,

Электродвижущая сила такого гальванического элемента зависит от концентрации анализируемого раствора. Если потенциал электрода сравнения относительно стандартного водородного электрода известен, концентрация анализируемого раствора может быть рассчитана по измеренному значению электродвижущей силы. При изменении концентрации анализируемого раствора, например при титровании, значение электродвижущей силы будет также изменяться таким образом, что момент окончания титрования можно определить по графику зависимости потенциала от объема или массы добавленного титранта, или от времени проведения электролиза.

5.31.1. Определение рН (ОМ 31.1)

5.31.1.1. Общие положения

Гальванический элемент: электрод сравнения /насыщенный раствор KCl/ раствор R/Pt-H₂. Для буферных растворов R₁ и R₂ с известными значениями рН, соответственно рН_{R1} и рН_{R2}, измеренные значения разности потенциалов составляют соответственно E₁ и E₂.

Если раствор R в рассматриваемом гальваническом элементе заменить исследуемым раствором с неизвестным рН, то по различию в измеренных величинах потенциалов можно рассчитать рН исследуемого раствора.

Если все измерения проведены при одной и той же температуре и при неизменной концентрации раствора хлорида калия, рН исследуемого раствора может быть рассчитан по следующим формулам:

$$\frac{E_1 - E_{\text{исслед}}}{S} + \text{рН}_{R1};$$

$$\frac{E_2 - E_{\text{исслед}}}{S} + \text{рН}_{R2},$$

где S — угловой коэффициент $\left(\frac{mB}{\text{рН}} \right) = \frac{E - E_2}{\text{рН}_{R1} - \text{рН}_{R2}}$.

5.31.1.2. Аппаратура

рН-метр со стеклянным (менее применим водородный) электродом, соединенным с милливольтметром с большим сопротивлением и со шкалой, откалиброванной в единицах рН. Такой прибор, регистрируя разность потенциалов между рН-чувствительным электродом (стеклянным, сурьмяным) и электродом сравнения, соединенным электролитическим мостиком (например, насыщенный раствор KCl), дает возможность непосредственно считывать со шкалы значения рН.

5.31.1.3.

Калибровка

рН-метр калибруют, используя подходящие растворы с известной величиной активности ионов водорода; некоторые из них перечислены ниже:

- а) оксалатный буферный раствор;
- б) тартратный буферный раствор;
- в) фталатный буферный раствор;
- г) фосфатный буферный раствор;
- д) боратный буферный раствор;
- е) буферный раствор гидроксида кальция.

В табл. 3 приведены значения рН вышеперечисленных буферных растворов в интервале температур 15—35 °С.

(Продолжение см. с. 85)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4172—76)

Т а б л и ц а 3

Температура, °С	Значение рН					
	Буферный раствор					
	а	б	в	г	д	е
15	1,67	—	4,00	6,90	9,27	12,81
20	1,68	—	4,00	6,88	9,22	12,63
25	1,68	3,56	4,01	6,86	9,18	12,45
30	1,69	3,55	4,01	6,85	9,14	12,30
35	1,69	3,55	4,02	6,84	9,10	12,14

(Продолжение см. с. 86)

5.31.1.4. Методика анализа

Готовят анализируемый раствор (кроме тех случаев, когда анализируют непосредственно сам реактив) заданной концентрации, применяя воду, свободную от двуокиси углерода.

Одновременно готовят два буферных раствора таких, чтобы предполагаемое значение рН анализируемого раствора находилось между значениями рН этих растворов. Температуру всех трех растворов, а также ячейки прибора устанавливают равной $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$.

Прибор калибруют с помощью двух буферных растворов, промывая измерительный электрод перед измерением буферным раствором. Затем, после промывания электрода водой и анализируемым раствором, измеряют рН анализируемого раствора.

Для получения точных результатов необходимо повторять измерения с различными порциями анализируемого раствора без промывания электрода между последовательными измерениями до тех пор, пока значение рН не будет сохраняться постоянным по крайней мере в течение 1 мин.

(ИУС № 12 1991 г.)