ГОСТ 4198—75

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ ОДНОЗАМЕЩЕННЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

УДК 546.32′185—384.1-41:006.354 Группа Л51

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Реактивы

КАЛИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ ОДНОЗАМЕЩЕННЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4198—75

Reagents. Potassium dihydrogen phosphate. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 2113 1260 03

Дата введения 01.07.76

Настоящий стандарт распространяется на однозамещенный фосфорнокислый калий, представляющий собой бесцветные кристаллы; растворим в воде; слабо гигроскопичен.

Формула KH_2PO_4.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 136,09.

Допускается изготовлять однозамещенный фосфорнокислый калий по ИСО 6353-3—87 (Р.79) (приложение 1) и проводить анализы по ИСО 6353-1—82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Однозамещенный фосфорнокислый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.1. По физико-химическим показателям однозамещенный фосфорнокислый калий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2113 1263 00	чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 1262 01	чистый (ч.) ОКП 26 2113 1261 02
1. Массовая доля однозамещенного фосфорнокислого калия (KH_2PO_4), %, не менее	99,5	99,0	98,0
2. Массовая доля не растворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005	0,01
3. Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	0,2	0,5	1
4. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001	0,001	0,002
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,005	0,01
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,001	0,002

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1975
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2113 1263 00	чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 1262 01	чистый (ч.) ОКП 26 2113 1261 02
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,002	0,003
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,001	0,001
9. Массовая доля мышьяка (As),%, не более	0,0001	0,0002	0,0005
10. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,05	0,05	Не нормируется
11. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,005	0,01	0,01
12. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	4,4—4,7	4,4—4,7	Не нормируется

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

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Однозамещенный фосфорнокислый калий может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2а.2. При работе с препаратом следует применять средства индивидуальной защиты, а также соблюдать правила личной гигиены.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

2а.2; 2а.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Определение содержания примесей общего азота и тяжелых металлов предприятие-изготовитель проводит по требованию потребителя.

2.3. Массовую долю натрия и кальция изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 290 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Определение массовой доли однозамещенного фосфорнокислого калия

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2.1. *Реактивы, растворы, приборы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта;

тимоловый синий, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1;

иономер универсальный ЭВ-74;

электроды — стеклянный и хлорсеребряный (или насыщенный каломельный);

мешалка магнитная;

стакан Н-2—250 по ГОСТ 25336;

бюретка вместимостью 50 см^3 с ценой деления 0,1 см^3;

цилиндр 1—100—2 по ГОСТ 1770.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 5,0000 г препарата помещают в стакан, растворяют в 100 см^3 воды и титруют из бюретки при перемешивании магнитной мешалкой раствором гидроокиси натрия до значения pH 9,2, используя в качестве измерительного электрода — стеклянный, в качестве электрода сравнения — хлорсеребряный (или каломельный).

Допускается проводить определение с индикацией эквивалентной точки по тимоловому синему.

При разногласиях в оценке массовой доли однозамещенного фосфорнокислого калия определение проводят потенциометрически.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю однозамещенного фосфорнокислого калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}13609 \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески препарата, г;

V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

0,13609 — масса однозамещенного фосфорнокислого калия, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,35 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,4 % при доверительной вероятности P = 0,95.

3.2.1—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

3.3. Определение массовой доли не растворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы, растворы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1;

тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336;

пипетка градуированная вместимостью 1 см^3;

стакан В-1(2)—400 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1—250—2 по ГОСТ 1770.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 250 см^3 воды, прибавляют 0,5 см^3 раствора соляной кислоты и перемешивают. 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 с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 150 см^3 горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105 °С—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» — 2,5 мг,

для препарата «чистый» — 5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата квалификации «химически чистый» ±35 %, для препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый» ±20 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.4. Определение массовой доли потерь при высушивании

2,0000 г препарата взвешивают в стаканчике для взвешивания СБ-24/10 (ГОСТ 25336), предварительно высушенном до постоянной массы и взвешенном (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и выдерживают в эксикаторе над серной кислотой (ГОСТ 4204) до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если потери массы не будут превышать:

для препарата «химически чистый» — 4 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 10 мг,

для препарата «чистый» — 20 мг.

Допускаемое относительное расхождение между результатами двух параллельных определений составляет 5 % от среднего значения.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % для препарата квалификации «химически чистый», ±5 % для препаратов квалификаций «чистый для анализа» и «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.5. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4.

При этом 2,00 г препарата помещают в круглодонную колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией, растворяют в 45 см^3 воды и далее определение проводят фотометрическим (в объеме 50 см^3) или визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата «химически чистый» — 0,02 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 0,02 мг,

для препарата «чистый» — 0,04 мг.

При разногласиях в оценке общей массы азота анализ проводят фотометрическим методом.

3.6 Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 0,50 г препарата квалификации «химически чистый» или 0,60 г препаратов квалификации «чистый для анализа» и «чистый» помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в 25 см^3 воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 1) или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

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

для препарата «химически чистый» — 0,01 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 0,03 мг,

для препарата «чистый» — 0,06 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов определение проводят фототурбидиметрическим методом.

3.7 Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу (при фототурбидиметрическом определении) или в коническую колбу с меткой на 40 см^3 (при визуально-нефелометрическом определении), растворяют в 15 см^3 воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 1) или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом. Если после прибавления раствора азотной кислоты раствор мутный, то его фильтруют через обезволенный фильтр «синяя лента», промытый раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

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

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг,

для препарата «чистый» — 0,020 мг.

При разногласиях в оценке массы хлоридов определение проводят фототурбидиметрическим методом.

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555 сульфосалициловым методом.

При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют в 20 $см^3$ воды, прибавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. Затем раствор охлаждают и далее определение проводят фотометрически.

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

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

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

для препарата «чистый» — 0,030 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически.

3.3—3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

3.9. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319 сероводородным методом.

При этом 4,00 г препарата растворяют в 30 $см^3$ воды и далее определение проводят, прибавляя 5 $см^3$ уксусной кислоты (вместо 1 $см^3$) 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 «химически чистый» — 0,020 мг Pb,

для препарата «чистый для анализа» — 0,040 мг Pb,

для препарата «чистый» — 0,040 мг Pb,

5 $см^3$ уксусной кислоты и 10 $см^3$ сероводородной воды.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.10. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485 методом с применением бромнортутной бумаги, в сернокислой среде из навески 0,30 г.

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

для препарата «химически чистый» — 0,0003 мг As,

для препарата «чистый для анализа» — 0,0006 мг As,

для препарата «чистый» — 0,0015 мг As,

20 $см^3$ раствора серной кислоты 0,5 $см^3$ раствора хлорида олова (II) и 5 г цинка.

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

3.11. Определение массовой доли натрия

3.11.1. *Приборы, оборудование, реактивы и растворы:*

фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 (или универсального монохроматора) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1;

колба 2—100—2 по ГОСТ 1770;

пипетки градуированные вместимостью 10, 5, 2 и 1 $см^3$;

цилиндр 1(3)—25—2 по ГОСТ 1770;

фотоумножители типа ФЭУ-38 или другого типа, чувствительные в видимой области спектра;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457;

воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов;

пропан-бутан;

горелка;

распылитель;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная;

раствор, содержащий Na; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,1 мг/$см^3$ натрия — раствор А.

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

3.11.2. *Приготовление анализируемых растворов*

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

3.11.3. *Приготовление растворов сравнения*

В шесть мерных колб помещают по 20 см^3 воды и объемы раствора А, указанные в табл. 2. Затем растворы перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см^3	Концентрация Na в растворе сравнения, мг/100 см^3	Массовая доля Na в препарате, %
1	1	0,1	0,01
2	2	0,2	0,02
3	3	0,3	0,03
4	4	0,4	0,04
5	5	0,5	0,05
6	8	0,8	0,08

3.11.1—3.11.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

3.11.4. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na 589,0—589,6 нм, возникающих в спектре пламени газ—воздух, при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления раствора, а также анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания примеси натрия. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примеси, и вычисляют среднеарифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого измерения распыляют воду.

3.11.5. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю примеси натрия, в пересчете на препарат, в процентах, — на оси абсцисс.

Массовую долю натрия в препарате находят по градуировочному графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля натрия не будет превышать допустимой нормы.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±5 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.12. Определение массовой доли кальция

3.12.1. *Приборы, реактивы и растворы:*

спектрограф типа ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем;

генератор дуги переменного тока типа ДГ-2;

выпрямитель кремневый, селеновый или ртутный;

микрофотометр типа МФ-2;

спектропроектор типа ПС-18;

лампа инфракрасная;

пипетка градуированная вместимостью 0,1 см^3;

угли графитированные для спектрального анализа ос. ч. 7—3 (электроды угольные); диаметром 6 мм, верхний электрод заточен на конус, нижний электрод — с цилиндрическим каналом диаметром 4,5 мм и глубиной 4 мм;

фотопластинки спектральные, типа ЭС, чувствительностью 10 отн. ед.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627;
калий бромистый по ГОСТ 4160;
метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664;
натрий сульфит 7-водный;
натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068;
натрий углекислый по ГОСТ 83 или
натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84;
растворы, содержащие Са; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации Са 0,05 мг/см^3 — раствор 1;
проявитель метолгидрохиноновый, готовят следующим образом:
раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г сернистокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор Б — 16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;
фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

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

3.12.2. *Подготовка анализируемой пробы*

0,020 г препарата помещают на дно кратера электрода, подготовленного по п. 3.12.4, вносят пипеткой 0,02 см^3 воды, перемешивают платиновой проволокой и подсушивают под инфракрасной лампой.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.12.3. *Приготовление образцов сравнения*

По 0,020 г препарата помещают на дно кратера трех электродов, подготовленных по п. 3.12.4, вносят пипеткой 0,01, 0,02 и 0,04 см^3 раствора 1 соответственно в каждый электрод. Перемешивают платиновой проволокой и подсушивают под инфракрасной лампой. Таким образом получают образцы сравнения, содержащие 0,0025, 0,005 и 0,01 % кальция.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.12.4. *Рекомендуемые условия съемки спектрограммы*

Сила тока, А	10
Ширина щели, мм	0,02
Экспозиция, с	20
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	5

Перед съемкой угольные электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока в течение 15 с при силе тока 10 А и снимают спектрограмму для контроля на отсутствие в электродах кальция.

3.12.5. *Проведение анализа*

Подсушенные под инфракрасной лампой электроды с анализируемой пробой возбуждают в дуге постоянного тока и снимают спектрограмму. Так же поступают с образцами сравнения, содержащими примесь кальция. Спектры анализируемого препарата и образцов сравнения снимают на одной фотопластинке не менее трех раз.

3.12.6. *Обработка спектрограммы и результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде, высушивают на воздухе и рассматривают под спектропроектором.

Затем фотометрируют, определяя почернение аналитической спектральной линии Са — 422,67 нм и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой микрофотометра, вычисляют разность почернений по формуле

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где $S_{л+ф}$ — почернение линии и фона;
$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднеарифметическое значение (ΔS) в анализируемой пробе и образцах сравнения. По значениям ΔS строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций кальция (lg Ca), а на оси ординат — среднеарифметическое значение разности почернений (ΔS).

Массовую долю кальция в анализируемой пробе находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений, относительное значение расхождения между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое значение, равное 50 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±35 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.12.5, 3.12.6. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3.13. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 150 см^3 (ГОСТ 25336), прибавляют цилиндром вместимостью 100 см^3 (ГОСТ 1770) 95 см^3 дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), тщательно перемешивают и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 pH.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа ±0,1 pH при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1.

Группа фасовки: III, IV, V.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 однозамещенного фосфорнокислого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353-3—87
«Реактивы для химического анализа. Часть 3. Технические условия. Вторая серия»

Р.79. КАЛИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ ОДНОЗАМЕЩЕННЫЙ KH_2PO_4
Относительная молекулярная масса: 136,09
Р.79.1. Технические требования

Массовая доля однозамещенного фосфорнокислого калия (KH_2PO_4) (после высушивания при 110 °С), %, не менее	99,5
pH раствора препарата с массовой долей 5 %	4,2—4,5
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005
Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001
Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,002
Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,02
Потери после высушивания (при 110 °С), %, не более	0,2

Р.79.2. Приготовление испытуемого раствора
20 г образца растворяют в воде и разбавляют до 200 см^3 (раствор должен быть прозрачным и бесцветным).
Р.79.3. Проведение испытаний
Р.79.3.1. *Определение массовой доли однозамещенного фосфорнокислого калия*
Около 5 г образца, высушенного при 110 °С, взвешивают с погрешностью до 0,0001 г, растворяют в 95 см^3 свежепрокипяченной и охлажденной воды и проводят потенциометрическое титрование раствором гидроокиси натрия концентрации точно *c* (NaOH) = 1 моль/дм^3 до pH ~ 9,2, используя стеклянный индикаторный электрод.
1,00 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации *c* (NaOH) = 1 моль/дм^3 соответствует 0,13609 г KH_2PO_4.
Р.79.3.2. *Определение pH*
Определение pH раствора образца с массовой долей 5 % проводят в соответствии с ОМ 31.1* на pH-метре.
Р.79.3.3. *Определение массовой доли хлоридов*
20 см^3 исследуемого раствора (Р.79.2) анализируют в соответствии с ОМ 2.
Готовят контрольный раствор, используя 1 см^3 хлоридного раствора сравнения II (1 см^3 $\hat{=}$ 0,0005 % Cl). Хлоридный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и перемешивают.
Р.79.3.4. *Определение массовой доли сульфатов*
10 см^3 испытуемого раствора (Р.79.2) анализируют в соответствии с ОМ 3.
Готовят контрольный раствор, используя 5 см^3 сульфатного раствора сравнения II (5 см^3 $\hat{=}$ 0,005 % SO_4). Сульфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,81 г K_2SO_4 растворяют, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и перемешивают.
Р.79.3.5. *Определение массовой доли общего азота*
20 см^3 испытуемого раствора (Р.79.2) разбавляют до 140 см^3 водой и анализируют в соответствии с ОМ 6.
Готовят контрольный раствор, используя 2 см^3 азотсодержащего раствора сравнения II (2 см^3 = 0,001 % N).
Азотсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 6,07 г $NaNO_3$ растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и перемешивают.
Р.79.3.6. *Определение массовой доли тяжелых металлов*
30 см^3 испытуемого раствора (Р.79.2) анализируют в соответствии с ОМ 7.
Готовят контрольный раствор, используя 10 см^3 испытуемого раствора (Р.79.2) и 2 см^3 свинецсодержащего раствора сравнения II (2 см^3 $\hat{=}$ 0,001 % Pb).
Свинецсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: к 1,60 г $Pb(NO_3)_2$ добавляют 1 см^3 HNO_3, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и перемешивают.

---

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353/1—82.

Р.79.3.7. *Определение массовой доли железа*

К 10 $см^3$ испытуемого раствора (Р.79.2) прибавляют 2 $см^3$ раствора 5-сульфосалициловой кислоты с массовой долей 20 % и 5 $см^3$ раствора аммиака.

Через 1 мин желтая окраска конечного раствора не должна быть интенсивнее окраски контрольного раствора, приготовленного аналогичным образом с использованием 2 $см^3$ железосодержащего раствора сравнения II (2 $см^3 \hat{=}$ 0,002 % Fe).

Железосодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: к 8,63 г $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ добавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.79.3.8. *Определение массовой доли натрия*

Массовую долю натрия определяют методом пламенной фотометрии в соответствии с ОМ 30 в следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора	Пламя	Длина волны, нм
Na	2 %	Кислород-ацетилен	589,0

Р.79.3.9. *Потери при высушивании*

5 г образца сушат при 110 °С в течение 1 ч. Потеря массы не должна превышать 10 мг.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353-1—82
«Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»

5.2. **Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)**

Указанный объем испытуемого раствора подкисляют 1 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 см^3 раствора нитрата серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %.

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 см^3 раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в 30 %-ном (по объему) этаноле смешивают с 1 см^3 раствора 2-водного хлорида бария с массовой долей 25 % (затравочный раствор). Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем испытуемого раствора, предварительно подкисленного 0,5 см^3 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 испытуемого раствора, разбавленному при необходимости до объема 140 см^3 в приборе Кьельдаля, состоящего из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 см^3 раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Деварда или алюминиевой проволоки. Смесь отстаивают в течение 1 ч. Отгоняют 75 см^3 реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Добавляют 3 см^3 раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 %, 2 см^3 реактива Несслера и разбавляют водой до объема 100 см^3.

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 испытуемого раствора добавляют 0,2 см^3 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 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.

5.31.1. *Определение pH (ОМ 31.1)*

5.31.1.1. *Общие положения*

Рассмотрим гальванический элемент: электрод сравнения — насыщенный раствор KCl — раствор $R/Pt{\cdot}H_2$.

Для буферных растворов R_1 и R_2 с известными значениями pH, соответственно pH_{R_1} и pH_{R_2} измеренные значения разности потенциалов составляют соответственно E_1 и E_2.

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

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

$$\frac{E_1 - E_{\text{иссл}}}{S} + \mathrm{pH}_{R_1};$$

$$S = \left(\frac{mV}{\text{pH}}\right) = \frac{E_1 - E_2}{\text{pH}_{R_1} - \text{pH}_{R_2}},$$

$$\frac{E_2 - E_{\text{иссл}}}{S} + \text{pH}_{R_2},$$

где $E_{\text{иссл}}$ — электродвижущая сила гальванического элемента с исследуемым раствором;

S — угловой коэффициент.

5.31.1.2. *Аппаратура*

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

5.31.1.3. *Калибровка*

pH-метр калибруют, используя подходящие растворы с известной активностью 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 pH перечисленных буферных растворов в интервале температур 15 °С—35 °С.

Таблица 3

Температура, °С	pH буферного раствора					
	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

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. Предполагаемое значение pH анализируемого раствора должно находиться между значениями pH этих растворов. Температуру всех трех растворов, а также ячейки прибора устанавливают равной (25 ± 1) °С.

Прибор калибруют с помощью двух буферных растворов, промывая измерительный электрод перед измерением буферным раствором. После промывания электрода водой и анализируемым раствором измеряют pH 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 pH не будет сохраняться постоянным по крайней мере в течение 1 мин.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16.05.75 № 1324

3. Стандарт предусматривает прямое применение раздела 79 международного стандарта ИСО 6353-3—87 «Реактивы для химического анализа. Часть 3. Технические условия. Вторая серия» и ИСО 6353-1—82 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»

4. ВЗАМЕН ГОСТ 4198—65

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	3.12.1
ГОСТ 84—76	3.12.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1; 3.3.1; 3.11.1; 3.13
ГОСТ 3118—77	3.3.1
ГОСТ 3773—72	3.12.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4160—74	3.12.1
ГОСТ 4204—77	3.4
ГОСТ 4212—76	3.11.1; 3.12.1
ГОСТ 4328—77	3.2.1
ГОСТ 4517—87	3.13
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1
ГОСТ 5457—75	3.11.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1; 3.3.1; 3.11.1; 3.12.1
ГОСТ 10485—75	3.10
ГОСТ 10555—75	3.8
ГОСТ 10671.4—74	3.5
ГОСТ 10671.5—74	3.6
ГОСТ 10671.7—74	3.7
ГОСТ 17319—76	3.9
ГОСТ 18300—87	3.2.1
ГОСТ 19627—74	3.12.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1; 3.3.1; 3.4; 3.13
ГОСТ 25664—83	3.12.1
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1; 3.3.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 27068—86	3.12.1

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 24.09.92 № 1256

7. ИЗДАНИЕ (декабрь 2009 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1981 г., ноябре 1985 г., сентябре 1992 г. (ИУС 4—81, 2—86, 12—92)

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 25.01.2010. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл.печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,40. Тираж 50 экз. Зак. 48.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.