МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ ДВУЗАМЕЩЕННЫЙ 3-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.32'185—384.2—41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КАЛИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ ДВУЗАМЕЩЕННЫЙ 3-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 2493—75

Взамен ГОСТ 2493—65

Reagents. Potassium phosphate, dibasic 3-aqueous. Specifications

ОКП 26 2113 1280 10

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 мая 1975 г. № 1325 дата введения установлена

01.07.76

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт распространяется на 3-водный двузамещенный фосфорнокислый калий, представляющий собой кристаллический порошок или кристаллы белого цвета; хорошо растворим в воде; сильно гигроскопичен.

Формула: $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 228,20.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.1. По физико-химическим показателям 3-водный двузамещенный фосфорнокислый калий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 1282 08	Чистый (ч.) ОКП 26 2113 1281 09
1. Массовая доля 3-водного двузамещенного фосфорнокислого калия ($K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$), %, не менее	99	98
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,01
3. Массовая доля азота (N) — из нитратов, нитритов и др., %, не более	0,001	0,002
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,01

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Издание (декабрь 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1981 г., июле 1985 г. (ИУС 4—81, 11—85).

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 1282 08	Чистый (ч.) ОКП 26 2113 1281 09
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,002
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0005
8. Массовая доля мышьяка (As), не более	0,00005	0,0001
9. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,1	0,1
10. pH 5 %-ного раствора препарата	8,9—9,3	8,9—9,3

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. 3-водный двузамещенный фосфорнокислый калий вызывает раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

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

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

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по НТД.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 280 г.

3.2. Определение массовой доли 3-водного двузамещенного фосфорнокислого калия

3.2.1. *Реактивы, растворы, приборы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации с (HCl) = 1 моль/дм^3 (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Иономер универсальный ЭВ-74 или другого типа с пределом допускаемой основной погрешности ± 0,05 pH.

Мешалка магнитная.

Электроды — стеклянный и хлорсеребряный (или насыщенный каломельный).

Стакан Н-2—100 по ГОСТ 25336—82.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 5,0000 г препарата помещают в стакан, растворяют в 50 см^3 воды и титруют, при перемешивании раствора магнитной мешалкой, раствором соляной кислоты до значения pH 4,4, используя в качестве измерительного электрода — стеклянный, в качестве электрода сравнения — хлорсеребряный (или каломельный).

Допускается индикация эквивалентной точки по метиловому оранжевому.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю 3-водного двузамещенного фосфорнокислого калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}2282 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,2282 — масса 3-водного двузамещенного фосфорнокислого калия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 0,3 %.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82.

3.3.2. *Проведение анализа*

20,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 200 см³, растворяют при нагревании в 100 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 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.

3.1—3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Определение массовой доли азота из нитратов, нитритов и др.

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74.

При этом 1,00 г препарата помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 45 см³ воды и далее определение проводят фотометрическим (в объеме 50 см³) или визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

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

3.5. Определение массовой доли сульфатов

3.5.1. *Реактивы и растворы*

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 20%-ный раствор, профильтрованный через плотный беззольный фильтр.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 10%-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор, свежеприготовленный и профильтрованный через плотный беззольный фильтр.

Раствор, содержащий SO_4; готовят по ГОСТ 4212—76.

3.5.2. *Проведение анализа*

0,50 г препарата помещают в колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 50 см³ воды и прибавляют при перемешивании 4 см³ раствора соляной кислоты, 6 см³ раствора крахмала и 6 см³ раствора хлористого бария.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 30 мин на темном фоне 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,

для препарата чистый — 0,05 мг SO_4,

2 см³ раствора соляной кислоты, 6 см³ раствора крахмала и 6 см³ раствора хлористого бария.

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74.

При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим методом. Если после прибавления раствора азотной кислоты раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый 1%-ным горячим раствором азотной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

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

3.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75.

При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят в течение 1—2 мин. Раствор охлаждают и далее определение проводят фотометрически сульфосалициловым методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76 сероводородным методом. При этом 4,00 г препарата 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 массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75 методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде из навески 1,00 г.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая 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 — 0,0005 мг As,

для препарата чистый — 0,001 мг As,

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

3.4—3.9. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.10. Определение массовой доли натрия

3.10.1. *Приборы, оборудование, реактивы и растворы*

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

Фотоумножители типа ФЭУ-38 или другого типа, чувствительные в видимой области спектра. Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Пропан-бутан.

Горелка.

Распылитель.

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

Раствор, содержащий Na; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,1 мг/см³ натрия — раствор А.

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

При работе с горючими газами следует строго руководствоваться инструкцией по технике безопасности.

3.10.2. *Приготовление анализируемых растворов*

0,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в воде, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

3.10.3. *Приготовление раствора сравнения*

В три мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая помещают по 20 см³ 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, см³	Концентрация Na в растворе сравнения, мг/100 см³	Массовая доля Na в препарате, %
1	2,5	0,25	0,05
2	5	0,5	0,1
3	10	1	0,2

3.10.4. *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 массовой доли примеси натрия. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли примеси, и вычисляют среднеарифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

После каждого измерения распыляют воду.

3.10.5. *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, — на оси абсцисс.

Массовую долю натрия в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 10 % относительно вычисляемой концентрации.

Массовую долю натрия можно также определять по методу ограничивающих растворов.

В данном случае проводят фотометрирование попеременно двух растворов сравнения и анализируемого раствора.

Концентрация определяемого элемента в одном из растворов сравнения должна быть меньше концентрации его в анализируемом растворе, а в другом — больше.

Массовую долю натрия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \left[C_1 + \frac{(C_2 - C_1) \cdot (A - A_1)}{A_2 - A_1} \right] \cdot \frac{100}{m \cdot 1000},$$

где C_1 и C_2 — концентрация натрия в двух растворах сравнения, мг/100 см³ ($C_2 > C_1$);

A — показание гальванометра для анализируемого раствора;

A_1 и A_2 — показания гальванометра для двух растворов сравнения;

m — масса навески препарата, г.

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

3.11. Определение pH 5%-ного раствора препарата

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в 95 $см^3$ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87), и измеряют pH раствора на pH-метре со стеклянным электродом.

3.10—3.11. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: 2—1; 2—2; 2—4; 2—9.

Группа фасовки: III, IV, V.

(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 3-водного двузамещенного фосфорнокислого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 22.01.2003. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 71 экз. С 9459. Зак. 33.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://gost.e-ecolog.ru mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru