Внесено изм. №3 (ИУС 1/92)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ДИАММОНИЙФОСФАТ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 8515—75

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. И. Кануркина*

Сдано в наб. 11.02.88 Подп. в печ. 04.04.88 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,90 уч.-изд. л. Тир. 6 000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1885

УДК 661.635.223(083.74) Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ДИАММОНИЙФОСФАТ

Технические условия

Diammonium phosphate.
Specifications

ГОСТ 8515—75

ОКП 21 4815

Срок действия с 01.07.77
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на диаммонийфосфат (двузамещенный фосфорнокислый аммоний), получаемый нейтрализацией термической или экстракционной фосфорной кислоты аммиаком с последующей кристаллизацией и центрифугированием.

Диаммонийфосфат предназначается для пропитки древесины и тканей, для придания им огнестойкости, для пищевой и фармацевтической промышленности и других целей.

Формула $(NH_4)_2HPO_4$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1977 г.) — 132,057.

1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Диаммонийфосфат должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

Диаммонийфосфат изготовляют следующих марок:

А — пищевой (получается на основе термической ортофосфорной кислоты);

Б — технический (получается на основе термической фосфорной кислоты);

В — технический (получается на основе экстракционной фосфорной кислоты).

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1.2. По физико-химическим показателям диаммонийфосфат должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1988

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки		
	А	Б	В
	ОКП 21 4815 0200	ОКП 21 4815 0100	ОКП 21 4815 0300
1. Внешний вид	Кристаллы белого цвета	Кристаллы белого цвета, допускается желтоватый или серый оттенок	Кристаллы белого цвета, допускается желтоватый или серый оттенок
2. Массовая доля общего оксида фосфора (V), %, не менее	52,0	52,0	50,0
3. Массовая доля аммиака, %, не менее	23,5	23,0	23
4. Массовая доля влаги, %, не более	4,0	5,0	5,0
5. Массовая доля мышьяка, %, не более	0,001	Не нормируется	Не нормируется
6. Массовая доля тяжелых металлов сероводородной группы (Pb), %, не более	0,002	То же	То же
7. Массовая доля фторидов, %, не более	0,01	0,1	»

Примечание. Показатель «Массовая доля фторидов» не нормируется до 01.07.88. Определение обязательное с указанием значений в документе о качестве.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1.3. **(Исключен, Изм. № 3).**

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Диаммонийфосфат не токсичен, пожаро- и взрывобезопасен.

1а.2. Вдыхание пыли диаммонийфосфата может вызвать раздражение слизистых оболочек и дыхательных путей.

1а.3. Производственные помещения, в которых проводят работы с диаммонийфосфатом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

1а.4. Все работы с диаммонийфосфатом должны проводиться в специальной одежде по ГОСТ 12.4.103 -83 и в индивидуальных средствах защиты органов дыхания в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.028—76, защитные очки — по ГОСТ 12.4.013—85.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 3).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Диаммонийфосфат принимают партиями. Партией считают количество однородного по своим качественным показателям продукта, сопровождаемого одним документом о качестве, массой не более 60 т.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта, марку;

массу брутто и нетто;

результаты проведенных анализов;

обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. Для контроля качества диаммонийфосфата, находящегося в движении, пробы отбирают механизированным способом с транспортной ленты или в местах перепада потока перед затариванием с периодом отбора, обеспечивающим получение точечной пробы массой 0,2 кг от 5 т продукта.

2.3. Для контроля качества упакованного диаммонийфосфата отбирают 10% упаковочных единиц, но не менее трех при малых партиях.

2.2; 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

2.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке от той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

2.5. Определение массовой доли фторидов в продукте марки А изготовитель проводит периодически — не реже одного раза в квартал.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы от упакованного продукта отбирают щупом, погружая его на 3/4 глубины упаковочной единицы.

Масса точечной пробы не должна быть менее 0,1 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.2. Отобранные разовые пробы соединяют, тщательно перемешивают, сокращают квартованием до получения средней пробы массой около 0,5 кг и помещают в чистую сухую банку, плотно закрываемую пробкой. На банку наклеивают этикетку с обозначениями наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы.

3.3. Внешний вид диаммонийфосфата определяют визуально.

3.4. Определение массовой доли общего P_2O_5

3.4.1. *Применяемые реактивы, растворы и аппаратура:*

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,36 г/см³ (свободная от окислов азота) и разбавленная 1 : 3;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78;

аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, х. ч., высушенный при 110°С до постоянной массы;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

молибденованадиевый реактив, готовят следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 500 см³ воды, нагретой до 50—60°С, охлаждают и фильтруют (раствор 1).

1,5 г ванадиевого аммония взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 250 см³ воды, нагретой до 50—60°С (если раствор желтеет, необходимо перед нагреванием добавить несколько капель аммиака). Раствор охлаждают, фильтруют и прибавляют 250 см³ раствора азотной кислоты 1 : 3 (раствор 2).

Раствор 1 наливают при помешивании в раствор 2, после этого добавляют к раствору 350 см³ азотной кислоты плотностью 1,36 г/см³ и перемешивают. Полученный молибденованадиевый реактив устойчив в течение длительного времени;

раствор, содержащий P_2O_5, готовят следующим образом: 0,4794 г однозамещенного фосфорнокислого калия, высушенного над серной кислотой, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и до метки заполняют водой; 1 см³ приготовленного раствора содержит 0,25 мг P_2O_5 (раствор А);

фотоколориметр ФЭК-56 или другого типа.

3.4.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 10, 14, 18, . . . , 30 см³ раствора А, что соответствует 2,5; 3,5; 4,5 . . . ; 7,5 мг P_2O_5.

В каждую колбу прибавляют приблизительно до 70 см³ воды и 25 см³ молибденованадиевого реактива. Объем растворов доводят водой до метки, перемешивают и через 20—30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре ФЭК-56 со светофильтром 4 (λ=440 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, используя в качестве раствора сравнения начальную пробу (раствор, содержащий 2,5 мг P_2O_5).

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси ординат значение оптической плотности, оси абсцисс — массу P_2O_5 в миллиграммах.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.4.3. *Проведение анализа*

1 г продукта взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в небольшом количестве воды, объем доводят водой до метки и перемешивают. 5 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют воды приблизительно до 70 см³ и 25 см³ молибденованадиевого реактива. Доводят объем раствора до метки водой, перемешивают и через 20—30 мин измеряют оптическую плотность раствора в тех же условиях, что при построении градуировочного графика, по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,5 мг P_2O_5 и приготовленному одновременно с анализируемой пробой.

Массу общего P_2O_5 в миллиграммах находят по градуировочному графику.

3.4.4. *Обработка результатов*

Массовую долю общего P_2O_5 (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m_1\cdot 500\cdot 100}{1000\cdot 5\cdot m},$$

где m_1 — масса P_2O_5, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

При разногласиях в оценке массовой доли общего P_2O_5 анализ проводят по ГОСТ 24024.8—81 потенциометрическим методом.

3.5. Определение массовой доли аммиака

3.5.1. *Применяемые реактивы, растворы и аппаратура:*

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

реактив Несслера (если раствор с осадком, необходимо перед добавлением к пробе фильтровать);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

раствор, содержащий NH_3, готовят следующим образом: 3.1434 г хлористого аммония, высушенного до постоянной массы

при 100—105°С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ заполняют водой до метки и перемешивают (раствор А). 1 см³ приготовленного раствора содержит 1 мг NH_3.

25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, объем раствора доводят до метки водой и перемешивают (раствор Б). 1 см³ приготовленного раствора содержит 0,1 мг NH_3;

фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или другого типа.

3.5.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 4, 5, 6, ..., 11 см³ раствора Б, что соответствует 400, 500, 600, ..., 1100 мкг NH_3.

После этого добавляют 80—90 см³ воды и 4 см³ реактива Несслера при перемешивании. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность измеряют через 10 мин в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм на фотоэлектроколориметре типа ФЭК-56 со светофильтром 5 (λ=490 нм).

В качестве раствора сравнения используют начальную пробу (раствор, содержащий 400 мкг NH_3). По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси ординат значение оптической плотности, по оси абсцисс — массу NH_3 в мкг.

3.5.3. *Проведение анализа*

15 см³ раствора, приготовленного по п. 3.4.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. 10 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют до 80—90 см³ воды, 4 см³ реактива Несслера. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика по отношению к раствору сравнения, содержащему 400 мкг NH_3 и приготовленному одновременно с анализируемой пробой.

Массу аммиака находят по градуировочному графику.

3.5.4. *Обработка результатов*

Массовую долю аммиака (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{1000000 \cdot 15 \cdot 10 \cdot m},$$

где m_1 — масса аммиака, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

3.6. Определение массовой доли влаги

Около 5 г продукта взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и сушат в термостате при 60°С, пока разница между последовательными взвешиваниями через 1 ч не будет превышать 0,3%.

Массовую долю влаги (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m – масса навески, г;

m_1 — масса остатка после высушивания, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

3.7. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят арсиновым методом по ГОСТ 10485—75.

50 см³ раствора, приготовленного по п. 3.4.3, помещают в колбу прибора, прибавляют 20 см³ раствора серной кислоты и далее все — по ГОСТ 10485—75.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая окраска бромнортутной бумаги будет не интенсивнее окраски бромнортутной бумаги образцового раствора, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме 0,001 мг As.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят по ГОСТ 24024.10—81, фотоколориметрическим методом с применением пиридина.

3.5.4—3.7. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов сероводородной группы (Pb)

Определение проводят по ГОСТ 17319—76.

При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 25 см³ воды. Далее все — по ГОСТ 17319—76.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски образцового раствора, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме 0,1 мг Pb и все реактивы.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов сероводородной группы (Pb) анализ проводят по ГОСТ 24024.7—80.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9. Определение массовой доли фторидов. Фотоэлектроколориметрический метод

3.9.1. *Применяемые реактивы, растворы и аппаратура:*

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 25%, разбавленный 1 : 20 и 1 : 1;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см³, разбавленная 1 : 1;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см³, разбавленная 2 : 1;

кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, плотностью 1,70 г/см³;

арсеназо-1 (уранон), раствор с массовой долей 0,05%;

торий азотнокислый;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, кристаллический;

песок кварцевый по ГОСТ 7031—75;

пористые пластинки фильтров стеклянных по ГОСТ 9775—69;

α-динитрофенол (индикатор), насыщенный водный раствор;

раствор для колориметрирования, готовят следующим образом: 50 см³ стандартного раствора нитрата тория смешивают с 10 см³ арсеназо-1. Раствор готовят непосредственно перед прибавлением;

смесь кислот, готовят следующим образом: смешивают 900 см³ серной кислоты (2 : 1) и 60 см³ фосфорной кислоты;

образцовый раствор азотнокислого тория, готовят растворением 1 г азотнокислого тория в 1000 см³ воды. Титр раствора устанавливают весовым методом, осаждая гидрат окиси тория аммиаком (1 : 1). Далее готовят раствор, содержащий 30 мг тория и 10 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ в 1000 см³ раствора. 1 см³ раствора содержит 30 мкг тория;

образцовый раствор фтористого натрия, готовят растворением 0,2210 г фтористого натрия в 1000 см³ воды. 1 см³ раствора содержит 100 мкг фторидов (раствор А).

100 см³ раствора А разбавляют водой до 1000 см³. 1 см³ раствора содержит 10 мкг фторидов (раствор Б);

фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или другого типа;

установка для отгонки фторидов.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.9.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают образцовый раствор Б в количестве, соответствующем содержанию 5, 10, 20, 30, 40, 50 и 60 мкг фторидов.

Прибавляют дистиллированную воду до 40 см³, 3 капли α-динитрофенола, по каплям раствор соляной кислоты (1 : 1) до обесцвечивания раствора, аммиак (1 : 20) до появления желтой окраски и еще 1—2 капли избытка. Затем готовят и прибавляют 6 см³ раствора для колориметрирования. Объем раствора доводят до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм на фотоэлектроколориметре

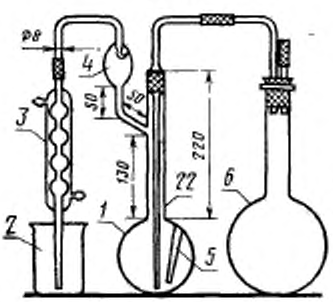
типа ФЭК-Н-57 со светофильтром 6 или на ФЭК-56 со светофильтром 7 (λ=580 нм) по отношению к контрольной пробе, приготовленной одновременно с анализируемой пробой и содержащей те же реактивы. Измерение оптической плотности проб проводят в следующем порядке: контрольная — контрольная, контрольная — анализируемая. Окраска колориметрируемых растворов не изменяется в течение нескольких суток.

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси ординат значение оптической плотности, а по оси абсцисс — массу фторидов в микрограммах.

3.9.3. *Проведение анализа*

10 г продукта взвешивают с погрешностью до 0,01 г и переносят в дистилляционную колбу установки для отгонки фторидов (см. чертеж), добавляют 20—30 см³ воды, 32 см³ смеси серной и фосфорной кислот, 2—3 кусочка пористого стекла и на кончике шпателя — кварцевый песок. Дистилляционную колбу плотно закрывают стеклянной пришлифованной пробкой-трубкой, соединяющей дистилляционную колбу с парообразователем.

Установка для отгонки фтора



1 — дистилляционная колба вместимостью 200 мл; *2* — приемник дистиллята; *3* — шариковый холодильник; *4* — ловушка Кьельдаля; *5* — муфта для термометра; *6* — парообразователь вместимостью 1000 мл.

Парообразователь наполняют водой на $^3/_4$ объема и помещают в него несколько кусочков пористого стекла для равномерного кипения.

Приемником служит стакан вместимостью 250—300 см³, в который налито 3—5 см³ воды. Конец холодильника погружают в воду так, чтобы создать гидравлический затвор. Раствор в ди-

стилляционной колбе нагревают до 120—130°С, после этого ведут отгонку водным паром при 145±5°С, пока в приемнике не соберется 200—230 см³ дистиллята, который затем переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой объем раствора до метки и перемешивают.

10 см³ дистиллята помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют дистиллированную воду до 40 см³ и далее — по п. 3.9.2.

Массу фторидов находят по градуировочному графику.

3.9.4. *Обработка результатов*

Массовую долю фторидов (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{10^6 \cdot m \cdot V},$$

где m_1 — масса фторидов, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002%.

Потенциометрический метод

3.9.5. *Применяемые реактивы, растворы и аппаратура:*

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 25%;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78;

раствор буферный pH 5,7—5,9; готовят следующим образом:

растворяют в воде 231 г уксуснокислого аммония и 15 см³ уксусной кислоты в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят pH раствора до 5,7—5,9, добавляя уксусную кислоту или аммиак. pH приготовленного раствора проверяют электрометрически;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, кристаллический, насыщенный водный раствор;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, кристаллический, высушенный при 120°С в течение 2 ч;

раствор для заполнения фторидного электрода; готовят следующим образом: 2,1 г фтористого натрия и 3,73 г хлористого калия, взвешенных с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 см³. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде;

растворы образцовые фтористого натрия; готовят следующим образом:

$1 \cdot 10^{-1}$ моль/дм³ (М) раствор: 4,2 г фтористого натрия, взве-

шенных с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в воде, прибавляют 200 см³ буферного раствора в объем раствора доводят водой до метки;

$1 \cdot 10^{-2}$ моль/дм³ (М) раствор: 100 см³ $1 \cdot 10^{-1}$ М раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, прибавляют 180 см³ буферного раствора и объем раствора доводят водой до метки;

$1 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³ (М) растворы готовят последовательным подобным разбавлением предыдущего раствора;

соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′, N′-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 10%-ный раствор;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, индикатор, спиртовой раствор с массовой долей 0,5%;

спирт этиловый по ГОСТ 18300—87;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

pH-метр pH-340 или аналогичного типа с погрешностью измерения не более 0,05 pH;

электрод стеклянный типа ЭСЛ-41ГО4 или ЭСЛ-11ГО4;

электрод фторидный типа ЭF-VI или любой другой аналогичной конструкции;

электрод хлорсеребряный типа ЭВЛ-1М3.

3.9.6. *Подготовка к анализу*

3.9.6.1. Построение градуировочного графика.

Процесс определения фторидного потенциала аналогичен определению pH. Для каждого образцового раствора определяют величину потенциала в милливольтах (мВ) следующим образом: образцовые растворы объемом 25—30 см³ помещают в стаканы вместимостью 50 см³, фторидный и хлорсеребряный электроды погружают в образцовые растворы и, начиная с низшей концентрации, измеряют величины потенциала для каждого раствора после установления равновесного значения на pH-метре, включенном на измерение в милливольтах. На основании полученных результатов строят градуировочный график на полулогарифмической бумаге, откладывая по оси ординат величины потенциалов в милливольтах, а по оси абсцисс — молярную концентрацию фторидов в моль/дм³ в логарифмическом масштабе. Градуировочный график прямолинеен в области концентраций $1 \cdot 10^{-5} — 1 \cdot 10^{-1}$ моль/дм³. Градуировочный график проверяют ежедневно.

3.9.7. *Проведение анализа*

0,5 г диаммонийфосфата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 2 см³ раствора трилона Б, одну каплю фенолфталеина, по каплям аммиак до неисчезающей розовой окраски, 20 см³ буферного раствора, объем раствора в колбе доводят водой до метки и перемешивают.

25—30 см³ приготовленного раствора помещают в стакан вместимостью 50 см³, в раствор погружают электроды, pH-метр включают на измерение в милливольтах. После установления стрелки прибора измеряют величину потенциала фторидного электрода.

Молярную концентрацию фторидов в растворе находят по градуировочному графику.

3.9.8. *Обработка результатов*

Массовую долю фторидов (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{c \cdot 19 \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot m},$$

где c — молярная концентрация фторидов, найденная по градуировочному графику, моль/дм³;

19 — эквивалент фтора;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002%.

При разногласиях в оценке массовой доли фторидов анализ проводят фотоэлектроколориметрическим методом.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Диаммонийфосфат марки Б упаковывают в четырех-, шестислойные бумажные мешки по ГОСТ 2226—75 любой марки (для марки НМ — с полиэтиленовым мешком-вкладышем) или двойные полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78.

Диаммонийфосфат марки А упаковывают в бумажные мешки по ГОСТ 2226—75 марки ПМ или в мешки других марок с мешком-вкладышем из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354—82.

Бумажные мешки прошивают, полиэтиленовые — заваривают.

Масса нетто мешка не должна быть более 40 кг, барабана — не более 100 кг.

По согласованию с потребителем диаммонийфосфат упаковывают в специализированные мягкие контейнеры или фанерные барабаны по ГОСТ 9338—80.

4.2. **Исключен. (Изм. № 2).**

4.3. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционного знака «Боится сырости», а также следующих данных, характеризующих продукцию:

наименования и марки продукта;

номера партии и даты изготовления;

обозначения настоящего стандарта;

класса опасности 9, подкласса 9.2 по ГОСТ 19433—77.

Маркировку транспортной тары с продуктом, предназначенным на экспорт, производят в соответствии с заказ-нарядом внешнеторговой организации и по ГОСТ 14192—77.

4.4. **(Исключен, Изм. № 3).**

4.5. Упакованный диаммонийфосфат транспортируют всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на каждом виде транспорта.

По железным дорогам продукцию, упакованную в мешки, транспортируют: повагонными отправками — в крытых вагонах, мелкими отправками — в универсальных контейнерах.

Продукт, упакованный в контейнеры, допускается транспортировать открытым подвижным составом.

При укрупнении грузовых мест транспортные пакеты должны соответствовать ГОСТ 21929—76, схемы пакетирования согласовывают в установленном порядке.

4.6. Диаммонийфосфат хранят в крытых неотапливаемых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения диаммонийфосфата — шесть месяцев со дня изготовления.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. П. Шляпинтох, Е. А. Фомин, И. Б. Мойжес, Н. И. Силантьева, П. В. Кузьменко, Ф. Я. Лившиц

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.09.75 № 2438

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 8515—57, ГОСТ 5.2229—74.

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта,
ГОСТ 12.4.013—85	1а.4
ГОСТ 12.4.028—76	1а.4
ГОСТ 127.4.103—83	1а.4
ГОСТ 2226—75	4.1
ГОСТ 3765—78	3.4.1
ГОСТ 3773—72	3.5.1
ГОСТ 4198—75	3.4.1
ГОСТ 4232—74	3.4.6
ГОСТ 4461—77	3.4.1
ГОСТ 6709—72	3.4.1, 3.5.1
ГОСТ 9336—75	3.4.1
ГОСТ 9338—80	4.1
ГОСТ 10354—82	4.1
ГОСТ 10485—76	3.7
ГОСТ 14192—77	4.3
ГОСТ 17319—76	3.8
ГОСТ 19433—81	4.3
ГОСТ 24024.7—80	3.8
ГОСТ 24024.8—81	3.4.4
ГОСТ 24024.10—81	3.7

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (январь 1988 г.) с изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в марте 1980 г., августе 1981 г., апреле 1987 г. и сентябре 1987 г. (ИУС 4—80, 10—81, 7—87, 12—87)

6. Срок действия продлен до 01.07.92 Постановлением Госстандарта СССР от 15.04.87 № 1236

Изменение № 5 ГОСТ 8515—75 Диаммонийфосфат. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 25.10.91 № 1652

Дата введения 01.07.92

Вводную часть дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта являются обязательными».

Пункт 1.2. Таблица 1. Примечание исключить.

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3. **Методы анализа**

3.1. Отбор проб

3.1.1. Точечные пробы от упакованного продукта отбирают щупом, погружая его на 3/4 глубины единицы упаковки.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,1 кг.

3.1.2. Отобранные точечные пробы соединяют, тщательно перемешивают, сокращают квартованием до получения средней пробы массой не менее 0,5 кг. Среднюю пробу помещают в чистую сухую банку и плотно закрывают. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования и назначения продукта, номера пробы, даты отбора пробы.

3.2. Общие требования

3.2.1. При проведении анализов и приготовлении растворов используют лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, а также лабораторные весы общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—88.

(Продолжение см. с. 84)

Допускается применение других весов с аналогичными метрологическими характеристиками.

3.2.2. Для проведения колориметрических измерений оптических плотностей растворов используют фотоэлектрические лабораторные колориметры типа КФК-2, спектрофотометры типа СФ-4А.

Допускается применение других приборов с аналогичными характеристиками.

3.2.3. При выполнении анализов используют лабораторное оборудование:

шкаф сушильный электрический круглый типа 2В-151 или другой аналогичный;

универсальный иономер типа ЭВ-74 или другой аналогичный с погрешностью измерения не более 0,05 pH;

электрод фторидный ЭФ—V1 или другой аналогичной конструкции;

электрод стеклянный типа ЭСЛ—41ГО4 или ЭСЛ—11ГО4;

электрод хлорсеребряный типа ЭВЛ—1М3;

мешалка магнитная типа ММ-5 по ТУ 25—11.834—80 или другая аналогичная;

3.2.4. Для проведения анализов используют мерную химическую посуду не ниже 2-го класса точности;

бюретки исполнений 1—3 по ГОСТ 20292—74 вместимостью 25, 50 $см^3$;

колбы мерные исполнения 2 по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100, 500, 1000 $см^3$;

мензурки по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100, 500, 1000 $см^3$;

пипетки исполнений 1—7 по ГОСТ 20292—74 вместимостью 5, 25, 50, 100 $см^3$;

цилиндры исполнений 1—3 по ГОСТ 1770—74 вместимостью 10, 25, 100 $см^3$;

3.2.5. Для измерения температуры используют термометры с диапазоном действия от 0 до 150 °С по ГОСТ 28498—90.

(Продолжение см. с. 85)

3.3. Определение внешнего вида диаммонийфосфата

Внешний вид диаммонийфосфата определяют визуально.

3.4. Определение массовой доли оксида фосфора (V)

3.4.1. *Сущность метода*

Метод основан на фотометрическом определении оксида фосфора (V) в виде фосфорнованадиевомолибденового комплексного соединения. Оптическую плотность измеряют относительно раствора сравнения, содержащего известную массу оксида фосфора (V).

3.4.2. *Реактивы и растворы:*

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78;

аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, х. ч., высушенный при (100±5) °С до постоянной массы;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,36 г/см³ и раствор 1:2.

Молибденово-ванадиевый реактив готовят следующим образом:

50 г молибденовокислого аммония взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака. Навеску растворяют в 500 см³ воды, нагретой примерно до 50 °С. Раствор охлаждают, разбавляют водой до 1000 см³, перемешивают и фильтруют;

2,5 г метаванадиевокислого аммония взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску растворяют в 500 см³ горячей воды, приливают 20 см³ азотной кислоты плотностью 1,4 г/см³, раствор охлаждают, разбавляют водой до 1000 см³, перемешивают и фильтруют.

Смешивают равные объемы растворов азотной кислоты, разбавленной 1:2, метаванадиевокислого аммония и молибденовокислого аммония в указанной последовательности. Если раствор мутный, его фильтруют. Реактив устойчив в течение длительного времени.

Раствор сравнения, 1 см³ которого соответствует 0,25 мг оксида фосфора (V), готовят следующим образом: 0,4794 г однозамещенного фосфорнокислого калия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в воде, разбавляют до метки водой и перемешивают.

3.4.3. *Построение градуировочного графика*

Готовят серию образцов для градуировки. Для этого в мерные колбы, вместимостью 100 см³ каждая, с помощью бюретки вместимостью 25 см³ вносят 10, 14, 18 . . . , 30 см³ раствора сравнения, что соответствует 2,5; 3,5; 4,5; . . . ; 7,5 мг P_2O_5.

В каждую колбу прибавляют приблизительно до 70 см³ воды и 25 см³ молибденово-ванадиевого реактива, доводят объем раствора до метки водой, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность образцов относительно раствора сравнения, содержащего 2,5 мг оксида фосфора (V) и 25 см³ молибденово-ванадиевого реактива.

Измерение проводят в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

При работе на фотоэлектроколориметре измерения проводят при длине волны 440 нм, при работе на спектрофотометре — при 450 нм.

По полученным значениям оптических плотностей строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения массы оксида фосфора (V) в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей. Градуировочный график проверяют ежедневно по трем основным точкам.

3.4.4. *Проведение анализа*

1 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в воде, разбавляют до метки водой и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют. 5 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой приблизи-

(Продолжение см. с. 86)

(Продолжение изменения к ГОСТ 8515—75)

тельно до 70 см³, прибавляют 25 см³ молибденово-ванадиевого реактива, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора, как описано в п. 3.4.3, по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,5 мг P_2O_5 и 25 см³ молибденово-ванадиевого реактива.

Массу оксида фосфора (V) в миллиграммах в аликвотной части раствора находят по градуировочному графику.

3.4.5. *Обработка результатов*

Массовую долю оксида фосфора (V), (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{1000 \cdot 5 \cdot m},$$

где m_1 — масса оксида фосфора (V) в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускается определять массовую долю оксида фосфора (V) весовым магнезиальным методом по ГОСТ 20851.2—75, п. 7, при этом для анализа отбирают 100 см³ раствора, приготовленного по п. 3.4.4.

3.5. Определение массовой доли аммиака

3.5.1. *Формальдегидный метод*

3.5.1.1. *Сущность метода*

Метод основан на взаимодействии аммиачного азота с формальдегидом с образованием гексаметилентетрамина и эквивалентной массы ортофосфорной кислоты, которую определяют титриметрическим методом.

3.5.1.2. *Реактивы и растворы*

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, приготовленная по ГОСТ 4517—87;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор c (NaOH) = 1 моль/дм³;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87;

формалин технический по ГОСТ 1625—89, нейтрализованный в присутствии фенолфталеина раствором c (NaOH) = 1 моль/дм³ до появления слабо-розовой окраски;

фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

3.5.1.3. *Проведение анализа*

Около 2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 50 см³ формалина, 3—4 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски раствора.

3.5.1.4. *Обработка результатов*

Массовую долю аммиака (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}017 \cdot 100}{m},$$

где V — объем c (NaOH) = 1 моль/дм³ раствора, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент молярности раствора c (NaOH) = 1 моль/дм³;

0,017 — масса аммиака, соответствующая 1 см³ точно c (NaOH) = = 1 моль/дм³ раствора, г;

m — масса навески, г.

(Продолжение см. с. 87)

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

3.5.2. *Хлораминовый метод*

3.5.2.1. *Сущность метода*

Метод основан на окислении аммиачного азота хлорамином в присутствии фосфатного буферного раствора. Избыток хлорамина определяют иодометрически.

3.5.2.2. *Реактивы и растворы*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74;

калий иодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей иодистого калия 20 %, готовят следующим образом: 20 г иодистого калия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака, растворяют в воде, добавляют 1 см³ раствора гидроокиси натрия и доводят водой до 100 см³. Раствор хранят в темной склянке;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75;

калий двухромовокислый (бихромат калия) по ГОСТ 4220—75, х. ч.;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=6$ моль/дм³ (6 н. раствор);

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор c (HCl) = 0,1 моль/дм³;

крахмал растворимый, раствор с массовой долей крахмала 0,5 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей метилового оранжевого 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

натрий фосфорнокислый двузамещенный кристаллический по ГОСТ 11773—76;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор c (NaOH) = 0,1 моль/дм³;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) раствор c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н раствор). Коэффициент молярности раствора тиосульфата натрия устанавливают по бихромату калия следующим образом: около 0,12 г бихромата калия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Три навески помещают в конические колбы с притертыми пробками вместимостью 250 см³ каждая, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 5 см³ раствора иодистого калия и 10 см³ раствора соляной кислоты. Колбы быстро закрывают пробками и выдерживают 10 мин в темном месте. После этого разбавляют водой до 150 см³ и титруют раствором тиосульфата натрия до желто-зеленой окраски, затем прибавляют около 1 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

Коэффициент молярности (К) раствора тиосульфата натрия c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K=\frac{m}{V \cdot 0,004903},$$

где m — масса навески бихромата калия, г;

0,004903 — масса бихромата калия, соответствующая 1 см³ точно c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³ раствора, г;

V — объем c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³ раствора, израсходованный на титрование, см³.

Фосфатный буферный раствор готовят следующим образом:

60 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, 30 г однозамещенного фосфорнокислого калия и 100 г бромистого калия взвешивают, результаты взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака, растворяют в 1000 см³ воды при перемешивании, фильтруют в темную склянку с притертой пробкой.

(Продолжение см. с. 88)

Хлорамин Т, раствор $c\left(\frac{1}{2}\,CH_3C_6H_4SO_2N(Cl)Na{\cdot}3H_2O\right)=0{,}6$ моль/дм³ (0,6 н. раствор) или хлорамин Б, раствор $c\left(\frac{1}{2}\,C_6H_5SO_2N(Cl)Na{\cdot}3H_2O\right)=0{,}6$ моль/дм³ (0,6 н. раствор), готовят следующим образом: 85 г хлорамина взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в воде, объем раствора доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют в темную склянку с притертой пробкой.

3.5.2.3. *Проведение анализа*

25 см³ раствора, полученного по п. 3.4.4, помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³, нейтрализуют раствором соляной кислоты по метиловому оранжевому до перехода окраски раствора из желтого цвета в розовый, прибавляют 10 см³ фосфатного раствора и перемешивают. Затем осторожно по стенке колбы пипеткой приливают 5 см³ раствора хлорамина. Колбу закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают раствор 10—15 мин.

После этого приливают 5 см³ раствора иодистого калия, быстро прибавляют цилиндром 10 см³ раствора серной кислоты, колбу немедленно закрывают пробкой и снова раствор выдерживают 5 мин в темном месте, после чего титруют раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски раствора, затем прибавляют около 1 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же объемом реактивов, прибавляют в указанной последовательности, но без анализируемого продукта.

3.5.2.4. *Обработка результатов*

Массовую долю аммиака (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1=\frac{(V-V_1)\cdot 0{,}000567\cdot K\cdot 500\cdot 100}{m\cdot 25},$$

где V — объем $c\ (Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)=0{,}1$ моль/дм³ раствора, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

V_1 — объем $c\ (Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)=0{,}1$ моль/дм³ раствора, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

0,000567 — масса аммиака, соответствующая 1 см³ точно $c\ (Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)=0{,}1$ моль/дм³ раствора, г;

K — коэффициент молярности $c\ (Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)=0{,}1$ моль/дм³ раствора;

m — масса навески, г.

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

3.5.3. Допускается определять массовую долю аммиака с применением реактива Несслера.

3.6. Определение массовой доли влаги

3.6.1. *Проведение анализа*

Около 5 г диаммонийфосфата помещают в стаканчик для взвешивания, предварительно высушенный до постоянной массы, взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску сушат в сушильном шкафу при температуре (60±5) °С, пока разница между последовательными взвешиваниями через 1 ч не будет превышать 0,3 %.

3.6.2. *Обработка результатов*

Массовую долю (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2=\frac{(m_1-m_2)\cdot 100}{m},$$

(Продолжение см. с. 89)

где m_1 — масса стаканчика с пробкой до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с пробкой после высушивания, г;

m — масса навески, г.

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

3.7. Определение массовой доли мышьяка

3.7.1. *Сущность метода*

Метод основан на восстановлении мышьяка водородом и отделении его в виде летучего соединения мышьяковистого водорода с последующим взаимодействием его с хлорной ртутью, которой пропитана бумага.

Интенсивность окраски пятна анализируемой пробы визуально сравнивают со шкалой сравнения.

Определение проводят в сернокислой среде по ГОСТ 10485—75, допускается применение аналогичных приборов для определения мышьяка.

3.7.2. *Проведение анализа*

2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в воде, доводят до метки водой, перемешивают. В колбу прибора для отгонки мышьяка помещают 5—10 см³ полученного раствора, доводят до 30 см³ водой, прибавляют 20 см³ серной кислоты, 0,5 см³ раствора двухлористого олова, 5 г цинка, быстро закрывают колбу пробкой с насадкой, на которую помещен кружок хлорно-ртутной бумаги, осторожно перемешивают содержимое колбы и оставляют на 1,5 ч.

По истечении указанного времени окраску хлорно-ртутной бумажки, полученной от анализируемого раствора, сравнивают с окраской хлорно-ртутных бумажек шкалы.

3.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю мышьяка (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000},$$

где m_1 — масса мышьяка, найденная по шкале сравнения, мг;

V — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0005 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят по ГОСТ 10485—75 с применением диэтилдитиокарбамата серебра.

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов сероводородной группы (Pb).

3.8.1. *Сущность метода*

Метод основан на визуальном определении окрашенных сульфидов тяжелых металлов при использовании тиоацетамида, гидролизующегося до сероводорода в щелочной среде.

Определение проводят по ГОСТ 17319—76 тиоацетамидным методом.

3.8.2. *Проведение анализа*

2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора винно-кислого калия-натрия и далее анализ ведут по ГОСТ 17319—76.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме 0,04 мг свинца и все реактивы.

3.9. Определение массовой доли фторидов

(Продолжение см. с. 90)

3.9.1. *Сущность метода*

Метод основан на прямом потенциометрическом измерении концентрации фтора с использованием фторидселективного электрода в присутствии ацетатного буферного раствора.

3.9.2. *Реактивы и растворы:*

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей аммиака 25 %;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78;

буферный раствор с pH 5,7—5,9, готовят следующим образом: 231 г уксуснокислого аммония растворяют в воде, добавляют 15 см³ уксусной кислоты, доводят водой объем раствора до 1000 см³, pH буферного раствора проверяют на pH-метре и корректируют добавлением одного из указанных реактивов;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, х. ч., высушенный при (100±5) °С до постоянной массы.

Раствор сравнения c (NaF) = $1 \cdot 10^{-2}$ моль/дм³ готовят следующим образом: 0,21 г фтористого натрия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в воде, прибавляют 100 см³ буферного раствора, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Раствор сравнения c (NaF) = $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ готовят следующим образом: 50 см³ раствора c (NaF) = $1 \cdot 10^{-2}$ моль/дм³ помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 90 см³ буферного раствора, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Подобным же последовательным разбавлением готовят растворы сравнения c (NaF) = $1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ и c (NaF) = $1 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³.

Раствор сравнения c (NaF) = $5 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³ готовят следующим образом: 25 см³ раствора c (NaF) = $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 95 см³ буферного раствора, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Растворы сравнения хранят в полиэтиленовой посуде;

соль динатриевая этилендиамин — N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой долей трилона Б 10 %;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87;

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

3.9.3. *Построение градуировочного графика*

Прибор включают и настраивают согласно инструкции, прилагаемой к прибору предприятием-изготовителем. Процесс определения фторидного потенциала аналогичен определению pH. Фторидный электрод ставят на место стеклянного, нажимают кнопку «mV» и кнопку диапазона измерений «—1÷4», 25—30 см³ раствора сравнения c (NaF) = $1 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³ помещают в стакан вместимостью 50 см³, ставят на магнитную мешалку, фторидный и хлорсеребряный электроды погружают в раствор, прогревают прибор в течение 30 мин, затем включают магнитную мешалку и измеряют значение потенциала в милливольтах. Электроды извлекают из раствора, промывают водой, сушат фильтровальной бумагой и измеряют последовательно потенциалы растворов сравнения c (NaF) = $5 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³, c (NaF) = $1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ и c (NaF) = $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³. Показания прибора записывают после установления равновесного потенциала через 3—5 мин.

По полученным результатам строят градуировочный график на полулогарифмической бумаге, откладывая по оси ординат значения потенциалов в милливольтах, а по оси абсцисс — значения концентрации фтора, моль/дм³, в логарифмическом масштабе. Градуировочный график проверяют ежедневно. После измерения потенциала растворов сравнения электроды промывают водой, сушат фильтровальной бумагой и снова погружают в раствор сравнения c (NaF) = $1 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³ и, когда равновесный потенциал этого раствора срав-

(Продолжение см. с. 91)

нения достигнет значения, ранее измеренного при построении градуировочного графика, приступают к измерению потенциала анализируемых растворов.

3.9.4. *Проведение анализа*

2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, навеску помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 2 см³ раствора трилона Б, 1—2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором аммиака до устойчивой розовой окраски раствора. Через 2—3 мин прибавляют 20 см³ буферного раствора, доводят до метки водой и перемешивают раствор.

25—30 см³ полученного раствора помещают в стакан вместимостью 50 см³, в раствор погружают электроды, включают магнитную мешалку и через 3—5 мин измеряют потенциал в милливольтах.

Молярную концентрацию фторидов в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

3.9.5. *Обработка результатов*

Массовую долю фторидов (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{c \cdot 19 \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot m},$$

(Продолжение см. с. 92)

где c — молярная концентрация фторидов, найденная по градуировочному графику, моль/дм³;

19 — атомная масса фтора;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002 % при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 4.1. Заменить ссылки: ГОСТ 2226—75 на ГОСТ 2226—88.

Пункт 4.3. Первый абзац. Заменить слова: «Боится сырости» на «Беречь от влаги»;

пятый абзац исключить.

Пункт 4.5. Последний абзац изложить в новой редакции: «При укрупнении грузовых мест пакетирование упакованной продукции проводят в соответствии с ГОСТ 24597—81 и ГОСТ 26663—85».

(ИУС № 1 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru