МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КАЛЬЦИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ ДВУЗАМЕЩЕННЫЙ 2-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 2—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.41'185—41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КАЛЬЦИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ ДВУЗАМЕЩЕННЫЙ 2-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 3204—76

Reagents. Calcium hydrogen phosphate dihydrate. Specifications

ОКП 26 2122 0510 10

Дата введения 01.07.77

Настоящий стандарт распространяется на кальций фосфорнокислый двузамещенный 2-водный, который представляет собой белый кристаллический порошок; легко растворим в соляной, азотной и фосфорной кислотах, трудно растворим в воде и в уксусной кислоте.

Формула: $CaHPO_4 \cdot 2H_2O$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 172,09.

Все требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. 2-водный двузамещенный фосфорнокислый кальций должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По химическим показателям 2-водный двузамещенный фосфорнокислый кальций должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2122 0512 05	Чистый (ч.) ОКП 26 2122 0511 06
1. Массовая доля 2-водного двузамещенного фосфорнокислого кальция ($CaHPO_4 \cdot 2H_2O$), %	99,5—102,0	98,0—102,0
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,005	0,005
3. Массовая доля потерь при прокаливании, %	24—26	23—26
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,01	0,04
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,010
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0015	0,0030
7. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,0001	0,0020
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	0,001

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. 2-водный двузамещенный фосфорнокислый кальций (в больших количествах) вызывает раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории. Места загрузки и выгрузки препарата необходимо оборудовать местными вентиляционными отсеками.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

Допускается применение других средств измерений 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, 2).

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

3.2. Определение массовой доли 2-водного двузамещенного фосфорнокислого кальция

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1. Реактивы, растворы и посуда — по ГОСТ 10398.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,2000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 60 см^3 воды, 0,5 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и нагревают до полного растворения препарата. Раствор охлаждают, прибавляют 35 см^3 раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм^3, около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т, 10 см^3 буферного раствора 1 с pH 9,5—10, перемешивают и титруют раствором 7-водного сернокислого цинка до перехода синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

3.2.3. Обработку результатов проводят по ГОСТ 10398.

Масса двузамещенного 2-водного фосфорнокислого кальция, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б концентрации точно 0,05 моль/дм^3 (0,05 М), составляет 0,008605 г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

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

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

3.3.1. *Аппаратура, посуда, реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

Колба 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-600(400) ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336 типа ТФ класса ПОР 10 или ПОР 6.

Цилиндр 1(3)—100(250) по ГОСТ 1770.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в смеси, состоящей из 100 см^3 раствора соляной кислоты и 200 см^3 воды. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см^3 горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и сохраняют для определения тяжелых металлов по п. 3.9 и мышьяка по п. 3.8 — раствор 1.

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

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.2.1—3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Определение массовой доли потерь при прокаливании.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.1. *Проведение анализа*

Около 1,0000 г препарата взвешивают, помещают в фарфоровый тигель (ГОСТ 9147), прокаленный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), прокаливают в муфельной печи при 600 °С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.2. *Обработка результатов*

Массовую долю потерь при прокаливании (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески препарата, г;

m_1 — масса прокаленного остатка, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,5 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,3 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 0,20 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 1,5 см³ раствора соляной кислоты и перемешивают до растворения препарата. К раствору прибавляют 24,5 см³ воды, если раствора мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», трижды промытый горячей водой и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1), не прибавляя раствора соляной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,08 мг.

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

3.4.2, 3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7.

При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ для фототурбидиметрического метода (способ 2) или в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 см³) для визуально-нефелометрического (способ 2) метода, растворяют в смеси, состоящей из 29 см³ воды и 10 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят фототурбидиметрическим методом (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом (способ 2), не прибавляя раствор азотной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг,

для препарата чистый — 0,100 мг.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на массу хлоридов в 8 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %.

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

3.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 1,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в смеси, состоящей из 20 см³ воды и 4 см³ раствора азотной кислоты, и кипятят 2—3 мин. Далее определение проводят роданидным визуально-колориметрическим методом с извлечением органическим растворителем.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на фоне молочного стекла окраска спиртового слоя анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски спиртового слоя раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг Fe,

для препарата чистый — 0,030 мг Fe,

0,25 см³ раствора азотной кислоты, 0,5 см³ раствора соляной кислоты, 4 см³ раствора роданистого аммония и 10 см³ изоамилового спирта.

3.8. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485. При этом 3,0 см³ раствора 1, приготовленного в соответствии с п. 3.3.2 (соответствуют 0,30 г препарата для квалификации чистый для анализа) или 2,5 см³ раствора 1 (соответствуют 0,25 г препарата для квалификации чистый), помещают пипеткой в колбу прибора для определения мышьяка, прибавляют 30 см³ воды и далее определение проводят методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде, прибавляя 10 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % вместо серной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,0003 мг As,

для препарата чистый — 0,0050 мг As,

10 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, 0,5 см³ раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

3.6—3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.9. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 20 см³ раствора 1, приготовленного в соответствии с п. 3.3 (соответствуют 2,00 г препарата), помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 30 см³) с пришлифованной или резиновой пробкой, прибавляют по каплям раствор аммиака (ГОСТ 3760) с массовой долей 10 % до помутнения раствора, а затем прибавляют по каплям раствор соляной кислоты (ГОСТ 3118) с массовой долей 25 % до исчезновения мути. Объем раствора доводят водой до метки и далее определение проводят сероводородным методом.

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,

1 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора уксуснокислого аммония и 10 см³ сероводородной воды.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на массу тяжелых металлов в применяемых объемах растворов соляной кислоты и аммиака, определяемую контрольным опытом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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.

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 2-водного двузамещенного фосфорнокислого кальция требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.
5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В. Грязнов, В.Г. Брудзь, И.Л. Ротенберг, З.М. Ривина, Л.В. Кидиярова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 03.09.76 № 2076

3. ВЗАМЕН ГОСТ 3204—66

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	3.3.1
ГОСТ 3118—77	3.3.1; 3.9
ГОСТ 3760—79	3.9
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4517—87	3.3.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1
ГОСТ 9147—80	3.4.1
ГОСТ 10398—76	3.2.1; 3.2.3
ГОСТ 10485—75	3.8
ГОСТ 10555—75	3.7
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 10671.7—74	3.6
ГОСТ 17319—76	3.9
ГОСТ 25336—82	3.3.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 19.08.91 № 1368

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (сентябрь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1986 г., августе 1991 г. (ИУС 10—86, 11—91)

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *Л.А.Кузнецова*
Корректор *В.И.Кануркина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 28.09.99. Подписано в печать 27.10.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60.
Тираж 156 экз. С 3874. Зак. 892.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru