

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА МЕТАФОСФОРНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 841—76

Издание официальное

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.185—323—41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КИСЛОТА МЕТАФОСФОРНАЯ

Технические условия

ГОСТ
841—76

Reagents. Metaphosphoric acid.
Spesifications

ОКП 26 1213 0030 09

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на метафосфорную кислоту, которая представляет собой бесцветные прозрачные пластинки или палочки, расплывающиеся на воздухе, и со временем становятся матовыми; растворима в воде. Препарат состоит из смеси метафосфорной кислоты и ее натриевой соли (стабилизатор).

Формула HPO_3.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 79,98.

Требования настоящего стандарта, кроме требований к массовой доле мышьяка, являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Метафосфорная кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям метафосфорная кислота должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1976
© Издательство стандартов, 1994

Переиздание с изменениями

Наименование показателя	Норма
	Чистый (ч.) ОКП 26 1213 0031 08
1 Массовая доля метафосфорной кислоты (HPO_3), %, не менее	60
2 Массовая доля натриевой соли метафосфорной кислоты ($NaPO_3$), %, не более	40
3 Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,001
4 Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,0005
5 Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,002
7 Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005
8 Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,0002
9 Вещества, восстанавливающие марганцово-кислый калий	Должен выдерживать испытание по п. 3.10

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Метафосфорная кислота вызывает раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, а также соблюдать правила личной гигиены.

2а.1; 2а.2. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Массовую долю мышьяка по подпункту 8 таблицы определяют только по требованию потребителей.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

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

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.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 265 г.

3.1а; 3.1. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Определение массовой доли метафосфорной кислоты

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

бромкрезоловый зеленый (индикатор) по ТУ 6—09—07—1579—87, раствор с массовой долей 0,2 %; готовят следующим образом: 0,200 г бромкрезолового зеленого растворяют в смеси, состоящей из 6 $см^3$ раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/$дм^3$ и 5 $см^3$ спирта. Объем раствора доводят водой до 100 $см^3$ и перемешивают;

буферная смесь с pH 4,6; готовят следующим образом: в коническую колбу помещают 100 $см^3$ фосфатно-цитратного буферного раствора и прибавляют 0,5 $см^3$ раствора бромкрезолового зеленого. Для предохранения от развития бактерий буферную смесь стерилизуют нагреванием до 60—70°С, прибавляют 0,01 г тимола и перемешивают. Раствор хранят в колбе, закрытой резиновой пробкой, в темном месте;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы концентраций c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.) и 0,2 моль/$дм^3$ (0,2 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта;

тимол по ТУ 6—09—3736—79, ч.;

фосфатно-цитратный буферный раствор с pH 4,6; готовят по ГОСТ 4919.2—77;

бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 29251—91;

колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82;

пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227—91;

цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,5000 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 70 см^3 воды, нагревают до кипения и кипятят 20—30 мин, доливая в процессе кипячения воду до первоначального объема. К охлажденному раствору прибавляют 0,5 см^3 раствора бромкрезолового зеленого и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,2 моль/дм^3 до перехода окраски анализируемого раствора от желтой к зеленой и далее — в зелено-голубую, совпадающую с окраской буферной смеси, применяемой для сравнения.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю метафосфорной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01599 \cdot 100}{m},$$

где V —объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

m —масса навески препарата, г;

0,01599 —масса метафосфорной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия, концентрации точно 0,2 моль/дм^3, г;

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 1 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,6 % при доверительной вероятности P = 0,95.

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

3.3. Определение массовой доли натриевой соли метафосфорной кислоты

3.3.1. *Реактивы, растворы, аппаратура и посуда:*

бромкрезоловый зеленый (индикатор) по ТУ 6—09—07—1579—87, раствор с массовой долей 0,2 %; готовят по п. 3.2.1;

смесь буферная с pH 4,6; готовят по п. 3.2.1;

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

2,4-динитрофенол (α-динитрофенол), раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77;

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

метиловый красный (индикатор) по ТУ 6—09—5169—84;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30 % и раствор концентрации c (NaOH) = 0,2 моль/дм^3 (0,2 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83;

индикатор смешанный, спиртовой раствор; готовят следующим образом: 0,100 г метилового красного и 0,600 г фенолфталеина помещают в коническую колбу и растворяют в 100 см^3 спирта;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта;

фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360—87;

бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 29251—91;

колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82;

колба 2—250—2 по ГОСТ 1770—74;

пипетки 2(3)—2—25 и 6(7)—2—10 по ГОСТ 29227—91;

стакан Н-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74.

3.3.2. *Проведение анализа*

Около 3,0000 г препарата помещают в стакан, прибавляют 125 см^3 воды и 10 см^3 азотной кислоты. Раствор нагревают до кипения и кипятят 30 мин, доливая его в процессе кипячения водой до первоначального объема. После охлаждения к раствору прибавляют 1 см^3 раствора 2,4-динитрофенола и раствор гидроокиси натрия с массовой долей 30 % до появления слабо-желтой окраски и снова охлаждают. К охлажденному раствору прибавляют раствор соляной кислоты до исчезновения окраски, а затем еще 1—2 см^3 кислоты. Содержимое стакана переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

В две конические колбы помещают пипеткой вместимостью 25 см^3 по 25 см^3 приготовленного раствора, добавляют по 50 см^3 воды в каждую колбу и перемешивают.

Раствор в одной колбе титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,2 моль/дм^3 в присутствии 0,2 см^3 раствора бромкрезолового зеленого до окраски, совпадающей с окраской буферной смеси.

Раствор во второй колбе титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,2 моль/дм^3 в присутствии смешанного индикатора до перехода малиновой окраски раствора через желтую и оранжевую — в красную.

3.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю натриевой соли метафосфорной кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}02039 \cdot 250 \cdot 100}{m_1 \cdot 25} - \frac{V \cdot 0{,}02039 \cdot 100}{m},$$

где V —объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм^3, израсходованный на титрование при определении массовой доли метафосфорной кислоты по п. 3.2.3, см^3;

V_1 —объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм^3, израсходованный на титрование со смешанным индикатором, см^3;

V_2 —объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм^3, израсходованный на титрование с индикатором бромкрезоловым зеленым, см^3;

m —масса навески препарата при определении массовой доли метафосфорной кислоты по п. 3.2.3, г;

m_1 —масса навески препарата, г;

0,02039 —масса натриевой соли метафосфорной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 1 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,7 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.4. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5—74 визуально-нефелометрическим методом (способ 1). При этом 50,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют при нагревании в 200 см^3 воды. Раствор кипятят в течение 2 ч, доливая его в процессе кипячения водой до первоначального объема. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор А.

Раствор А сохраняют для определения нитратов по п. 3.5, хлоридов по п. 3.6, железа по п. 3.7, тяжелых металлов по п. 3.8, мышьяка по п. 3.9.

10 см^3 раствора А (соответствуют 2,00 г препарата) отбирают

пипеткой, фильтруют, если он мутный, через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно трижды промытый горячей водой, помещают в стакан или коническую колбу и доводят объем раствора водой до 26 $см^3$. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.5—74 без добавления раствора соляной кислоты, применяя спиртовой раствор хлористого бария вместо водного. Раствор хлористого бария готовят следующим образом: 5,00 г хлористого бария растворяют в смеси, состоящей из 66,5 $см^3$ воды и 28,5 $см^3$ этилового спирта высшего сорта (ГОСТ 18300—87).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, содержащего в таком же объеме: 0,02 мг SO_4, 1 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3 $см^3$ раствора крахмала и 3 $см^3$ спиртового раствора хлористого бария.

3.3.1—3.3.3; 3.4. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. Определение массовой доли нитратов проводят по ГОСТ 10671.2—74 с применением индигокармина. При этом 10 $см^3$ раствора А (соответствуют 2 г препарата), приготовленного по п. 3.4, помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 50—100 $см^3$ и далее определение проводят по ГОСТ 10671.2—74.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет слабее окраски раствора, содержащего в таком же объеме: 0,01 мг NO_3, 1 $см^3$ раствора хлористого натрия, 1 $см^3$ раствора индигокармина и 12 $см^3$ концентрированной серной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74 визуально-нефелометрическим (способ 2) методом. При этом 20 $см^3$ раствора А (соответствуют 4 г препарата), приготовленного по п. 3.4, отбирают пипеткой, фильтруют, если он мутный, через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %, помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора водой до 30 $см^3$ и далее определение проводят по ГОСТ 10671.7—74 без добавления раствора азотной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, содержащего в таком же

объеме 0,040 мг Cl, 2 $см^3$ раствора азотной кислоты и 1 $см^3$ раствора азотно-кислого серебра.

3.7. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555—75 сульфосалициловым методом. При этом 2 $см^3$ раствора А (соответствуют 0,4 г препарата), приготовленного по п. 3.4, помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят объем раствора водой до 21 $см^3$ и далее определение проводят по ГОСТ 10555—75 без добавления раствора соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать 0,008 мг.

Допускается проводить определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят фотометрически.

3.6; 3.7. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.8. Определение тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319—76 сероводородным методом. При этом 10 $см^3$ раствора А (соответствуют 2 г препарата), приготовленного по п. 3.4, помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ (с притертой или резиновой пробкой), нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по универсальной индикаторной бумаге до pH 7 и доводят объем раствора водой до 30 $см^3$. Далее определение проводят по ГОСТ 17319—76.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, содержащего в таком же объеме; 0,01 мг Pb, 1 $см^3$ уксусной кислоты, 1 $см^3$ раствора уксусно-кислого аммония и 10 $см^3$ сероводородной воды.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.9. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485—75 визуальным методом с применением бромно-ртутной бумаги в серно-кислой среде. При этом 10 $см^3$ раствора А (соответствуют 2 г препарата), приготовленного по п. 3.4, помещают пипеткой в колбу прибора для определения мышьяка и прибавляют 20 $см^3$ воды. Далее определение проводят по ГОСТ 10485—75.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумаги от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: 0,004 мг As,

20 $см^3$ раствора серной кислоты, 0,5 $см^3$ раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.10. Испытание на вещества, восстанавливающие марганцово-кислый калий

3.10.1. *Реактивы, растворы, аппаратура:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, перегнанная в присутствии марганцово-кислого калия;

калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,01 моль/$дм^3$ (0,01 н.) готовят по ГОСТ 25794.2—83, свежеприготовленный;

колба Кн-2—100—22 ТХС или Кн-1—100—14/23 ТХС по ГОСТ 25336—82;

пипетки 6(7)—2—25 и 4(5)—2—1(2) или 1—2—1 по ГОСТ 29227—91;

цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

3.10.2. *Проведение анализа*

10,00 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 20 $см^3$ воды при нагревании. Затем прибавляют 1 $см^3$ раствора марганцово-кислого калия, нагревают раствор до кипения и выдерживают на водяной бане 10 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая розовая окраска анализируемого раствора не будет исчезать в течение 5 мин.

3.10.1; 3.10.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Виды и типы тары: 2—1, 2—4, 2—9.

Группы фасовки: V и VI.

(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 метафосфорной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения — 1 год со дня изготовления.

5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6. (Исключен, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В. Грязнов, В.Г. Брудзь, И.Л. Ротенберг, В.Н. Смородинская, Л.В. Кидиярова, К.П. Лесина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.01.76 № 229

3. Срок проверки — 1996 г. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 841—64

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	3.2.1; 3.3.1; 3.10.1
ГОСТ 3118—77	3.3.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4328—77	3.2.1; 3.3.1
ГОСТ 4461—77	3.3.1
ГОСТ 4517—87	3.3.1
ГОСТ 4919.1—77	3.3.1
ГОСТ 4919.2—77	3.2.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1; 3.10.1
ГОСТ 10485—75	3.9
ГОСТ 10555—75	3.7
ГОСТ 10671.2—74	3.5
ГОСТ 10671.5—74	3.4
ГОСТ 10671.7—74	3.6
ГОСТ 17319—76	3.8
ГОСТ 18300—87	3.2.1 3.3.1; 3.4
ГОСТ 20490—75	3.10.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1; 3.3.1; 3.10.1
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1; 3.3.1
ГОСТ 25794.2—83	3.10.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 29227—91	3.2.1; 3.3.1; 3.10.1
ГОСТ 29251—91	3.2.1; 3.3.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ТУ 6—09—07—1579—87	3.2.1; 3.3.1
ТУ 6—09—3736—79	3.2.1;
ТУ 6—09—5169—84	3.3.1
ТУ 6—09—5360—87	3.3.1

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 17.05.91 № 706

7. Переиздание (октябрь 1993 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в марте 1986 г., мае 1991 г. (ИУС 6—86, 8—91)

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М. С. Кабашова*

Сдано в набор 08.12.93. Подписано в печать 22.12.93. Усл. печ. л. 1,0.
Усл. кр.-отт. 1,0. Уч. изд. л. 0,63. Тираж 464 экз. Зак. С918.

Ордена "Знак Почета" Издательство стандартов,
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве стандартов на ПЭВМ.
Тип. "Московский печатник". Москва, Лялин пер., 6. Зак. 6276

gost.e-ecolog.ru