

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

АММОНИЙ ФОСФОРНО-КИСЛЫЙ ОДНОЗАМЕЩЕННЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 3771—74

Издание официальное

БЗ 4—92

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.39'185-384.1-41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

АММОНИЙ ФОСФОРНО-КИСЛЫЙ ОДНОЗАМЕЩЕННЫЙ

Технические условия

ГОСТ 3771—74

Reagents.
Ammonium dihydrogen orthophosphate.
Specifications

ОКП 262116 0820 04

Срок действия с 01.07.75
до 01.07.95

Настоящий стандарт распространяется на однозамещенный фосфорно-кислый аммоний, представляющий собой бесцветные прозрачные кристаллы или белый кристаллический порошок, растворимый в воде и нерастворимый в ацетоне.

Формула $(NH_4)H_2PO_4$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 115,03.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Однозамещенный фосфорно-кислый аммоний должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Однозамещенный фосфорно-кислый аммоний должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1974
© Издательство стандартов, 1993
Переиздание с изменениями

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х ч.) ОКП 26 2116 0823 01	Чистый для анализа (ч д а) ОКП 26 2116 0822 02	Чистый (ч) ОКП 26 2116 0821 03
1. Массовая доля однозамещенного фосфорно-кислого аммония $(NH_4)H_2PO_4$, %, не менее	99,5	99,5	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,005	0,010
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,005	0,005
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,0005	0,0005
5 Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,001	0,001
6 Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0005	0,0010
7 Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00005	0,00005	0,0005
8 Массовая доля суммы натрия и калия (Na+K), %, не более	0,01	0,05	0,05
9 pH раствора препарата с массовой долей 5%	4,0—4,2	Не нормируется	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Однозамещенный фосфорно-кислый аммоний (в больших количествах) может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

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

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 в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2 2. Массовые доли сульфатов, тяжелых металлов и мышьяка изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании используют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления 10 мг или 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Общая масса средней пробы не должна быть менее 150 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Определение массовой доли однозамещенного фосфорно-кислого аммония

3.2.1. Метод ацидиметрического титрования по фенолфталеину

3.2.1.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

бюретка 1(2,3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74;

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

цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(NaOH) = 1$ моль/дм^3 (1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2.1.2. *Проведение анализа*

Около 2,0000 г тонко измельченного препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 75 см^3 предварительно прокипяченной воды. К раствору прибавляют 5 г хлористого натрия и после растворения охлаждают содержимое колбы в охлаждающей смеси (лед с хлористым натрием). Охлажденный раствор титруют при 0°С раствором гидроокиси натрия до слабо-розовой окраски, применяя в качестве индикатора фенолфталеин.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2.1.3. *Обработка результатов*

Массовую долю однозамещенного фосфорно-кислого аммония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}1150 \cdot 100'}{m},$$

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

m — масса навески препарата, г;

0,1150 — масса однозамещенного фосфорно-кислого аммония, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.2. Метод ацидиметрического титрования с применением формалина

3.2.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

бюретка 1(2, 3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74;

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

пипетка 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74;

цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74;

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

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(\mathrm{NaOH}) = 1$ моль/дм³ (1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83;

тимолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77;

формалин технический по ГОСТ 1625—89, нейтрализованный по тимолфталеину до появления слабо-голубой окраски;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2.2.2. *Проведение анализа*

1,5000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 100 см³ воды, прибавляют 30 см³ формалина, 0,5 см³ раствора тимолфталеина, перемешивают и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-голубой окраски раствора.

3.2.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю однозамещенного фосфорно-кислого аммония (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}05752 \cdot 100}{m},$$

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

0,05752 — масса однозамещенного фосфорно-кислого аммония, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, г.;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2%.

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

При разногласиях в оценке массовой доли однозамещенного фосфорно-кислого аммония анализ проводят методом ацидометрического титрования с применением формалина.

3.2.2.2, 3.2.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Растворы и посуда*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82;

стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74.

3.3.2. *Проведение анализа*

20,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 100 см³ горячей воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч. 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 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 «химически чистый» — 1 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 1 мг,

для препарата «чистый» — 2 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30% при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.4. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.4.1; 3.4.1.1; 3.4.1.2; 3.4.1.3, 3.4.2; 3.4.2.1; 3.4.2.2; 3.4.2.3; 3.4.2.4. **(Исключены, Изм. № 1).**

3.5. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5—74.

0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 24 см³ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом, прибавляя к анализируемому раствору 2 см³ раствора соляной кислоты вместо 1 см³.

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

для препарата «химически чистый» — 0,025 мг,
для препарата «чистый для анализа» — 0,025 мг,
для препарата «чистый» — 0,025 мг.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на массу сульфатов в применяемых реактивах, определяемую контрольным опытом.

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

3.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74 визуально-нефелометрическим методом в объеме 40 $см^3$ из навески 2,00 г. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 20 мин на темном фоне опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

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

2 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25% и 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра.

3.7. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555—75.

1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют в 20 $см^3$ воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

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

Допускается проводить определение 2,2'-дипиридиловым методом по ГОСТ 10555—75 из навески 0,50 г.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение проводят сульфосалициловым методом фотометрически.

3.5—3.7. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.7.1; 3.7.1.1; 3.7.1.2; 3.7.1.3; 3.7.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319—76 сероводородным методом из навески 2,00 г.

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

для препарата «химически чистый» — 0,01 мг Pb,
для препарата «чистый для анализа» — 0,01 мг Pb,
для препарата «чистый» — 0,02 мг Pb,

1 см³ уксусной кислоты и 10 см³ сероводородной воды.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.8.1; 3.8.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

3.9. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485—75 визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде из навески 0,60 г.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,0003 мг As,
для препарата «чистый для анализа» — 0,0003 мг As,
для препарата «чистый» — 0,0030 мг As,

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.10. Определение массовой доли натрия и калия

3.10.1. *Приборы, оборудование, реактивы и растворы*

фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75;

горелка;

распылитель;

колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74;

пипетка 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 или 2(3)—2—20 по ГОСТ 20292—74;

воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов;

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

раствор, содержащий натрий и калий; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий по 0,1 мг/см³ натрия и калия — раствор *А*;

аммоний фосфорно-кислый однозамещенный по настоящему стандарту с установленным содержанием примеси натрия и калия, раствор с массовой долей 10% — раствор *Б*.

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

3.10.2. *Приготовление анализируемых растворов*

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

3.10.3. *Приготовление растворов сравнения*

В пять мерных колб помещают пипетками по 20 см^3 воды, 10 см^3 раствора *Б* и указанные в табл. 2 объемы раствора *А*.

Затем растворы перемешивают, доводят их объемы водой до меток и снова перемешивают.

Таблица 2

Номера растворов сравнения	Объем раствора *А*, см^3	Масса примеси в 100 см^3 раствора сравнения, мг		Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %	
		Na	K	Na	K
1	1	0,1	0,1	0,01	0,01
2	2	0,2	0,2	0,02	0,02
3	4	0,4	0,4	0,04	0,04
4	8	0,8	0,8	0,08	0,08

3.10.1—3.10.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 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 и K—766 нм, возникающих в спектре пламени ацетилен — 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 растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения, в порядке возрастания содержания примеси натрия и калия. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примеси, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого замера распыляют воду.

3.10.5. *Обработка результатов*

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

Массовую долю натрия и калия в препарате в процентах находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20% среднего арифметического.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10% при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.11. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5%

5,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 250 см^3 (ГОСТ 25336—82), растворяют в 95 см^3 дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87) и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом основной допускаемой погрешности ±0,05 pH или приборе с аналогичной погрешностью.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 pH

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

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

Группа фасовки: III, IV, V, VI не более 3 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2 Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта

4.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

4.4 Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие однозамещенного фосфорнокислого аммония 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. № 1).**

Разд. 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, Е. К. Богомолова, Л. В. Кидиярова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.06.74 № 1425

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 3771—64**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1625—89	3.2.2.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1.1, 3.2.2.1, 3.3.1, 3.10.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4212—76	3.10.1
ГОСТ 4233—77	3.2.1.1
ГОСТ 4328—77	3.2.1.1, 3.2.2.1
ГОСТ 4517—87	3.11
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1.1, 3.2.2.1
ГОСТ 5457—75	3.10.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1.1, 3.3.1, 3.10.1, 4.8.1
ГОСТ 10485—75	3.9
ГОСТ 10555—75	3.7
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 10671.7—74	3.6
ГОСТ 17319—76	3.8
ГОСТ 18300—87	3.2.1.1, 3.2.2.1
ГОСТ 20292—74	3.2.1.1, 3.2.2.1, 3.10.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1.1, 3.2.2.1, 3.3.1, 3.11
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1.1, 3.2.2.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

5. СРОК ДЕЙСТВИЯ ПРОДЛЕН до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 22.09.89 № 2846

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1993 г.) с изменениями № 1, 2, утвержденными в сентябре 1984 г., сентябре 1989 г. (ИУС 12—84, 1—90).

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Н. Л. Шнайдер*

Сдано в набор 29.03.93. Подп. в печ. 18.06.93. Усл. печ. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70. Уч.-изд. л. 0,80. Тир 1409 экз. С 294.

«Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин, пер., 6. Зак. 204

gost.e-ecolog.ru