

9337-79



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

**НАТРИЙ ФОСФОРНО-КИСЛЫЙ
12-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 9337—79

Издание официальное



ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

53 6—92

225

Реактивы

**НАТРИЙ ФОСФОРНО-КИСЛЫЙ
12-ВОДНЫЙ**

Технические условия

Reagents. Sodium phosphate
12-aqueous. Specifications

ОКП 26 2112 1150 02

ГОСТ
9337—79Срок действия с 01.07.80
до 01.07.95

Настоящий стандарт распространяется на 12-водный фосфорно-кислый натрий, который представляет собой белые кристаллы, легко растворимые в воде.

Формула $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 380,12.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 12-водный фосфорно-кислый натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям 12-водный фосфорно-кислый натрий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1980

© Издательство стандартов, 1993

Переиздание с изменениями

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.в.)	Чистый (ч.)
	ОКП 26 2112 1152 00	ОКП 26 2112 1151 01
1. Массовая доля 12-водного фосфорно-кислого натрия ($\text{Na}_2\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$), %, не менее	99	98
2. Массовая доля свободной щелочи (NaOH), %, не более	1,5	2,0
или двузамещенного фосфорно-кислого натрия (Na_2HPO_4), %, не более	0,8	1,0
3. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,010
4. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001	0,004
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,01
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,001
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0005
9. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00005	0,0005

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. 12-водный фосфорно-кислый натрий может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены.

2.3. 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).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3.2. Определение массовой доли общего азота предприятие-изготовитель проводит по требованию потребителя, определение массовой доли тяжелых металлов — в каждой десятой партии, а для предприятий медицинской промышленности — в каждой партии.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г, ВЛКТ-500г-М и ВЛР-1 кг или ВЛЭ-200г.

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

4.2. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 130 г.

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Определение массовой доли 12-водного фосфорно-кислого натрия, свободной щелочи и двузамещенного фосфорно-кислого натрия

4.3.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта.

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Электроды — стеклянный и хлор-серебряный (или насыщенный каломельный).

Мешалка магнитная.

Бюретка 1(2)—2—25(50)—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Стакан Н-1(2)—150 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74.

4.3.2. Проведение анализа

Около 2,0000 г препарата помещают в стакан, растворяют в 50 см³ воды и титруют из бюретки при перемешивании раствора магнитной мешалкой, сначала раствором соляной кислоты, используя в качестве измерительного электрода — стеклянный, в качестве электрода сравнения — хлорсеребряный или каломель-

ный до рН 4,4, а затем — раствором гидроокиси натрия до рН 9,2.

Удвоенный объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование до рН 9,2, сравнивают с объемом раствора соляной кислоты, израсходованным на титрование до рН 4,4. По меньшему из этих объемов вычисляют массовую долю 12-водного фосфорно-кислого натрия.

4.3.3. Обработка результатов

Массовую долю 12-водного фосфорно-кислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,09503 \cdot 100}{m}$$

или

$$X = \frac{2V_1 \cdot 0,09503 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,09503 — масса 12-водного фосфорно-кислого натрия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты или гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,6%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа при титровании соляной кислотой $\pm 0,6\%$, при титровании гидроокисью натрия $\pm 1\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$;

Если объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, больше удвоенного объема раствора гидроокиси натрия, то препарат содержит свободную щелочь.

Массовую долю свободной щелочи (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(\bar{V} - 2V_1) \cdot 0,02000 \cdot 100}{m},$$

где 0,02000 — масса гидроокиси натрия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,5 моль/дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

Если израсходованный на титрование объем раствора соляной кислоты меньше удвоенного объема раствора гидроксида натрия, то препарат содержит двузамещенный фосфорно-кислый натрий.

Массовую долю двузамещенного фосфорно-кислого натрия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(2V_1 - V) \cdot 0,07098 \cdot 100}{m}$$

где 0,07098 — масса двузамещенного фосфорно-кислого натрия, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

Допускается проводить определение с индикацией первой эквивалентной точки по метиловому оранжевому, второй — по фенолфталеину. При этом перед титрованием по фенолфталеину к анализируемому раствору прибавляют 4 г хлористого натрия.

4.3.1—4.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.4.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336—82 типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.

Стакан В(Н)-400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74.

4.4.2. Проведение анализа

20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 200 см³ горячей воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают раствор 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 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 45\%$ для препарата квалификации «чистый для анализа» и $\pm 30\%$ для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.4.1, 4.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.5. Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 2,00 г препарата чистый для анализа или 1,00 г препарата чистый помещают в круглодонную колбу, растворяют в воде и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,04 мг.

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

4.6. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 150 см³ (с меткой на 100 см³) по ГОСТ 25336—82, растворяют в 15 см³ воды, прибавляют 1—2 капли раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2% (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и нейтрализуют раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают — раствор А. Если раствор мутный, его фильтруют через промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

15 см³ раствора А (соответствуют 0,3 г препарата) помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют пипеткой 10 см³ воды и перемешивают. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1), прибавляя вместо раствора крахмала 5 см³ этилового спирта (ГОСТ 18300—87).

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг SO₄,

для препарата чистый — 0,02 мг SO_4 ,
 5 см³ раствора А (соответствует 0,1 г препарата), 1 см³ раствора соляной кислоты, 5 см³ этилового спирта и 3 см³ раствора хлористого бария.

4.7. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 40 или 50 см³), растворяют в 30 см³ воды, к полученному раствору прибавляют 5 см³ раствора азотной кислоты и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, не прибавляя раствора азотной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,
 для препарата чистый — 0,050 мг.

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

4.5—4.7. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.8. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом, прибавляя 2,5 см³ раствора соляной кислоты вместо 1 см³.

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

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,
 для препарата чистый — 0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.9. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 3,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ с притертой или резиновой пробкой, растворяют в 30 см³ воды и далее определение проводят сероводородным методом, прибавляя 1,5 см³ уксусной кислоты вместо 1 см³ и не прибавляя раствор уксусно-кислого аммония.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора

не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

- для препарата чистый для анализа — 0,015 мг Pb,
- для препарата чистый — 0,015 мг Pb,
- 1 см³ уксусной кислоты и 10 см³ сероводородной воды.

4.10. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485—75 визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде из навески 0,50 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 таком же объеме:

- для препарата чистый для анализа — 0,00025 мг As,
- для препарата чистый — 0,0025 мг As,
- 20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9.

Группа фасовки: V, VI.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 12-водного фосфорно-кислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г. В. Грязнов, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, З. М. Ривина,
Е. К. Богомолова, Л. В. Кидиярова, И. В. Жарова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЯСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.10.79 № 4082

3. ВЗАМЕН ГОСТ 9337—74

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	4.3.1, 4.4.1
ГОСТ 3118—77	4.3.1
ГОСТ 3885—73	3.1, 4.2, 5.1
ГОСТ 4233—77	4.3.1
ГОСТ 4328—77	4.3.1
ГОСТ 4919.1—77	4.3.1, 4.6
ГОСТ 6709—72	4.3.1, 4.4.1
ГОСТ 10485—75	4.10
ГОСТ 10555—75	4.8
ГОСТ 10671.4—74	4.5
ГОСТ 10671.5—74	4.6
ГОСТ 10671.7—74	4.7
ГОСТ 17319—76	4.9
ГОСТ 18300—87	4.3.1, 4.6
ГОСТ 20292—74	4.3.1
ГОСТ 25336—82	4.3.1, 4.4.1, 4.6
ГОСТ 25794.1—83	4.3.1
ГОСТ 27025—86	4.1

5. Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 11.12.89 № 3651

6. Переиздание (апрель 1993 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1981 г. и декабре 1989 г. (ИУС 7—81, 3—90)

Редактор *Т. Б. Исмаилова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *В. М. Смирнова*

Сдано в набор 27.04.93. Подл. в печ. 19.07.93. Усл. печ. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70.
Уч.-изд. л. 0,70. Тир. 999 экз. С 374.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тиз. «Московский печатник», Москва, Ляля пер., 6. Зак. 292