

ГОСТ 10678-76

Группа Л12

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР
КИСЛОТА ОРТОФОСФОРНАЯ ТЕРМИЧЕСКАЯ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
THERMAL ORTHOPHOSPHORIC ACID. SPECIFICATIONS

ОКП 21 2141

Срок действия с 01.01.77
до 01.01.97*

* Ограничение срока действия снято по протоколу N 7-95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС N 11, 1995 год). - Примечание изготовителя базы данных.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений

РАЗРАБОТЧИКИ

И.Б.Мойжес, Г.Д.Иванова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 06.01.76 N 20

3. Стандарт соответствует международным стандартам ИСО 3359-75*, ИСО 3708-76, ИСО 4285-87 в части определения массовой доли мышьяка и хлоридов и метода отбора проб

* Доступ к международным и зарубежным документам, упомянутым в тексте, можно получить, обратившись в Службу поддержки пользователей. - Примечание изготовителя базы данных.

4. ВЗАМЕН ГОСТ 10678-63

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61-75	3.9.1, 3.10.1, 3.16.1
ГОСТ 199-78	3.9.1
ГОСТ 1027-67	3.11.1
ГОСТ 1277-75	3.6.1, 3.15.1, 3.11.1
ГОСТ 1770-74	3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 2991-85	4.3
ГОСТ 3117-78	3.16.1
ГОСТ 3118-77	3.11.1

ГОСТ 3652-69	3.4.1
ГОСТ 3760-79	3.9.1, 3.16.1
ГОСТ 4108-72	3.7.1
ГОСТ 4160-74	3.11.1, 3.12.1
ГОСТ 4172-76	3.4.1
ГОСТ 4204-77	3.8.1, 3.9.1, 3.12.1
ГОСТ 4212-76	3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.15.1
ГОСТ 4232-74	3.11.1, 3.12.1
ГОСТ 4233-77	3.8.1
ГОСТ 4234-77	3.16.1
ГОСТ 4328-77	3.4.1, 3.10.1
ГОСТ 4457-74	3.11.1, 3.12.1
ГОСТ 4461-77	3.6.1, 3.9.1
ГОСТ 4463-76	3.16.1
ГОСТ 4517-87	3.8.1, 3.11.1
ГОСТ 5456-79	3.9.1, 3.10.1
ГОСТ 5845-79	3.10.1, 3.15.1
ГОСТ 5955-75	3.8.1, 3.15.1
ГОСТ 6392-74	3.8.1
ГОСТ 6552-80	3.4.3, 3.6.1, 3.7.1, 3.10.1, 3.12.3
ГОСТ 6709-72	3.4.1, 3.5, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.14.1a, 3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 8864-71	3.11.1
ГОСТ 10163-76	3.7.1, 3.12.1
ГОСТ 10354-82	4.2
ГОСТ 10485-75	3.11.4
ГОСТ 10555-75	3.9.4
ГОСТ 10652-73	3.16.1
ГОСТ 10674-82	3.15.1, 4.7
ГОСТ 12082-82	4.3
ГОСТ 14192-77	4.5
ГОСТ 15846-79	4.5
ГОСТ 17319-76	3.10.2
ГОСТ 18300-87	3.4.1, 3.15.1
ГОСТ 18573-86	4.3, 4.5, 4.7
ГОСТ 19433-88	4.5
ГОСТ 20289-74	3.11.1
ГОСТ 20292-74	3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 24024.6-80	1.2, 3.6.4
ГОСТ 24024.7-80	1.2, 3.10.2
ГОСТ 24024.10-81	1.2, 3.11.4
ГОСТ 24024.11-81	1.2, 3.9.4
ГОСТ 24024.12-81	1.2, 3.7.4
ГОСТ 24104-88	3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.14.1a, 3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 25336-82	3.14.1a
ГОСТ 25794.1-83	3.4.1, 3.9.1, 3.12.1
ГОСТ 26319-84	4.1
ТУ 6-09-5393-78	3.11.1
ТУ 6-09-5294-86	3.11.1
ТУ 6-09-5360-87	3.16.1

6. Срок действия продлен до 01.01.97 Постановлением Госстандарта СССР от 18.01.91 г. N 141

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1993 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, 4, 5, 6, утвержденными в феврале 1978 г., марте 1980 г., июне 1981 г., феврале 1986 г., сентябре 1987 г., феврале 1991 г. (ИУС 4-78, 4-80, 9-81, 5-86, 12-87, 5-91).

Настоящий стандарт распространяется на термическую ортофосфорную кислоту, получаемую гидратацией фосфорного ангидрида, образующегося при сжигании желтого фосфора.

Термическая ортофосфорная кислота предназначается для химической пищевой и других отраслей промышленности.

Настоящий стандарт устанавливает требования к термической ортофосфорной кислоте, изготовляемой для нужд народного хозяйства и для поставки на экспорт.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. N 6).

1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.1а. (Введен дополнительно, Изм. N 3).

1.1. В зависимости от области применения термическая ортофосфорная кислота должна выпускаться следующих марок:

А - пищевая;

Б - техническая, предназначенная для производства реактивной и пищевой фосфорных кислот, технических фосфорных солей, кормовых фосфатов, удобрений и других целей.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

1.2. По физико-химическим показателям термическая ортофосфорная кислота должна соответствовать нормам, указанным в табл.1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки			Метод анализа
	А ОКП 21 2141 0200	Б ОКП 21 2141 0100		
		1-й сорт ОКП 21 2141 0130	2-й сорт ОКП 21 2141 0140	
1. Внешний вид	Бесцветная жидкость прозрачная в слое 15-20 мм при рассматривании на белом фоне	Бесцветная или со слабо-желтым оттенком жидкость в слое 15-20 мм при рассматривании на белом фоне	Бесцветная или окрашенная жидкость с оттенком от слабо-желтого до коричневого, не прозрачная в слое 15-20 мм при рассматривании на	Визуально

2. Массовая доля ортофосфорной кислоты (H_3PO_4), %, не менее	73	73	73	По п.3.4
3. Массовая доля хлоридов, %, не более	0,005	0,01	0,02	По ГОСТ 24024.6-80 и п.3.6 настоящего стандарта
4. Массовая доля сульфатов, %, не более	0,010	0,015	0,020	По ГОСТ 24024.12-81 и п.3.7 настоящего стандарта
5. Массовая доля нитратов, %, не более	0,0003	0,0005	0,0010	По п.3.8
6. Массовая доля железа, %, не более	0,005	0,010	0,015	По ГОСТ 24024.11-81 и п.3.9 настоящего стандарта
7. Массовая доля тяжелых металлов сероводородной группы (Pb), %, не более	0,0005	0,002	0,005	По ГОСТ 24024.7-80 и п.3.10 настоящего стандарта
8. Массовая доля мышьяка, %, не более	0,0001	0,006	0,008	По ГОСТ 24024.10-81 и п.3.11 настоящего стандарта
9. Массовая доля восстанавливающих веществ в пересчете на H_2PO_3 , %, не более	0,1	0,2	Не нормируется	По п.3.12
10. Наличие метафосфорной кислоты (HPO_3)	Выдерживает испытание			По п.3.13
11. Массовая доля взвешенных частиц, %, не более	Выдерживает испытание		0,3	По п.3.14
12. Наличие желтого фосфора (P_4)	Выдерживает испытание	Не нормируется		По п.3.15

Примечания:

1. По требованию потребителя ортофосфорная кислота марки Б может поставляться с массовой долей ортофосфорной кислоты 78-80%.

1а. Показатели 3, 4, 5, 7, 10 для кислоты марки Б определяются по требованию потребителя.

2. При применении ортофосфорной кислоты для производства удобрений в марке Б показатели подпунктов 3-11 таблицы не определяются.

2а. По согласованию с потребителем для производства товаров народного потребления ортофосфорная кислота марки Б может поставляться с массовой долей ортофосфорной кислоты не менее 43%.

3. По требованию потребителя ортофосфорная кислота марки Б 2-го сорта должна быть отфильтрована от взвешенных частиц до их полного удаления.

4. Исключен.

5. Массовая доля восстанавливающих веществ в ортофосфорной кислоте 1-го сорта нормируется только для продукта, используемого в производстве технических солей и кормовых фосфатов.

6. В ортофосфорной кислоте марки Б, используемой в производстве кормовых фосфатов, массовая доля фтора должна быть не более 0,1%; для производства химического волокна массовая доля восстанавливающих веществ - не более 0,1%.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 4, 6).

1.3. (Исключен, Изм. N 4).

1А. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Термическая ортофосфорная кислота пожаро- и взрывобезопасна, агрессивная жидкость, с водой смешивается в любых соотношениях, является водоотнимающим средством. При попадании на кожу вызывает ожоги и воспалительные заболевания кожи. Туман фосфорной кислоты вызывает атрофические процессы слизистой оболочки носа.

1а.2. Работа с кислотой должна проводиться в специальной одежде и специальной обуви в соответствии с правилами, утвержденными в установленном порядке.

1а.3. Для защиты органов дыхания от тумана фосфорной кислоты необходимо пользоваться респираторами ШБ-1 "Лепесток" или "Астра-2".

Разд.1а. (Введен дополнительно, Изм. N 4).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Термическая ортофосфорная кислота должна поставляться партиями. Партией считают количество однородного по своим качественным показателям продукта, сопровождаемого одним документом о качестве, но не более 60 т. При отгрузке продукта в цистернах каждую цистерну считают за партию.

Допускается изготовителю результат анализа продукта сменной или суточной выработки распространять на все формируемые из нее партии.

Документ о качестве продукта должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование продукта;

марку и сорт;

номер партии и количество мест в партии;

массу брутто и нетто;

дату изготовления;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии продукта требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

2.2. Для контроля качества термической ортофосфорной кислоты пробы отбирают от каждой цистерны или контейнера, или емкости, 10% бутылей или канистр, но не менее чем от трех бутылей или канистр при малых партиях.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 4, 6).

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторную проверку по удвоенной выборке от той же партии. Результаты повторного анализа являются окончательными и распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечную пробу из бутылей и канистр отбирают стеклянной трубкой с оттянутым носиком. Взятые пробы тщательно перемешивают и отбирают среднюю пробу, которую помещают в чистую сухую склянку с притертой пробкой вместимостью $0,5 \text{ дм}^3$. Общая масса средней пробы не должна быть менее 0,5 кг.

Точечную пробу термической ортофосфорной кислоты из цистерны, контейнера или из емкости отбирают специальным пробоотборником, изготовленным из спецстали, прикрепленным к стальной цепи, или автоматическим пробоотборником, установленным на линии заполнения хранилища или цистерны. Отбор проб проводят из трех разных мест по высоте: вблизи дна, из середины и верхнего слоя, или по всей высоте налива цистерны. Общая масса средней пробы должна быть не менее 1 кг. Пробу разливают в две чистые сухие склянки с притертыми пробками вместимостью $0,5 \text{ дм}^3$ каждая.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 4, 6).

3.2. На каждую склянку наклеивают этикетку с обозначением: наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, марки и сорта, даты отбора пробы, фамилии пробоотборщика.

3.3. Внешний вид термической ортофосфорной кислоты определяют визуально

3.4. Определение массовой доли ортофосфорной кислоты ($\text{H}^3 \text{PO}^4$)

3.4.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

кислота лимонная по ГОСТ 3652-69, раствор концентрации $c(\text{C}^6 \text{H}^8 \text{O}^7 \cdot \text{H}^2 \text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77; растворы концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.) и $c(\text{NaOH}) = 0,2 \text{ моль/дм}^3$ (0,2 н.); готовят по ГОСТ 25794.1-83;

натрий фосфорно-кислый двузамещенный по ГОСТ 4172-76, раствор концентрации $c(\text{Na}_2 \text{HPO}_4 \cdot 12 \text{H}_2 \text{O}) = 0,2 \text{ моль/дм}^3$;

тимол;

бромкрезоловый зеленый, 0,2%-ный раствор, готовят следующим образом: 0,2 г бромкрезолового зеленого растворяют в 6 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH)=0,1 моль/дм³, прибавляют 5 см³ спирта и разбавляют водой до 100 см³;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

буферная смесь с показателем pH 4,6; раствор готовят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см³ вводят бюреткой 9,35 см³ раствора двузамещенного фосфорно-кислого натрия, 10,65 см³ раствора лимонной кислоты, 70 см³ воды и 0,5 см³ индикатора бромкрезолового зеленого. Проверяют pH смеси на pH-метре.

Для предохранения от развития бактерий буферную смесь стерилизуют нагреванием при 60-70°C и добавляют 0,01 г тимола. Раствор перемешивают, плотно закрывают резиновой пробкой и сохраняют в темном

месте; pH-метр со стеклянным и каломельным электродами; мешалка магнитная;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

бюретки, пипетки по ГОСТ 20292-74, пробирки, колбы мерные, цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 или аналогичного типа;

допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

3.4.2. Проведение анализа

10 г анализируемой кислоты взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 250 см³, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают. 25 см³ полученного раствора пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ или стаканчики вместимостью 200 см³, добавляют 25 см³ воды и перемешивают. При потенциометрическом определении устанавливают колбу с раствором на pH-метре и проводят титрование анализируемой кислоты раствором гидроокиси натрия до pH 4,6 при непрерывном перемешивании с помощью магнитной мешалки по инструкции, прилагаемой к применяемому прибору.

Для титрования по индикатору к раствору прибавляют 0,5 см³ бромкрезолового зеленого и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски раствора из желтой в зеленую и далее в зелено-голубую, совпадающую с окраской раствора буферной смеси.

3.4.3. Обработка результатов

Массовую долю ортофосфорной кислоты (H^3PO_4) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,0196 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot m},$$

где V - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m - масса навески анализируемой кислоты, г;

0,0196 - масса ортофосфорной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,2%.

Допускается определение массовой доли ортофосфорной кислоты по ГОСТ 6552-80.

3.5. Приготовление раствора для определения примесей

25 г отфильтрованной от примесей анализируемой кислоты взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), растворяют в дистиллированной воде (ГОСТ 6709-72) в мерной колбе вместимостью 250 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор 1).

3.4.1-3.5. (Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

3.6. Определение массовой доли хлоридов

3.6.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

кислота азотная по ГОСТ 4461-77, х.ч., раствор с массовой долей азотной кислоты 25%;

кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80, х.ч., раствор готовят следующим образом: 50 г кислоты взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доводят объем раствора водой до метки;

серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277-75, раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3)=0,1$ моль/дм³;

раствор, содержащий 1 мг хлорида в 1 см³, готовят по ГОСТ 4212-76 (раствор А); 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают (раствор Б, свежеприготовленный);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

бюретки, пипетки по ГОСТ 20292-74, пробирки, колбы мерные, цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 или аналогичного типа;

допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

3.6.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию образцовых растворов: в мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая вносят 0; 2,5; 5; 7,5; 10; 12; 15 см³ раствора Б, что соответствует 0; 25; 50; 75; 100; 120; 150 мкг хлора.

В каждый раствор прибавляют 25 см³ воды, 2,5 см³ раствора ортофосфорной кислоты, 0,5 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ азотно-кислого серебра, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Через 5 мин измеряют оптические плотности образцовых растворов, используя в качестве раствора сравнения образцовый раствор, не содержащий хлориды.

Измерение оптической плотности растворов проводят по отношению к раствору сравнения в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм на фотоэлектроколориметре при длине волны (490 ± 10) нм.

По полученным данным значений оптических плотностей строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в образцовых растворах массы хлора в микрограммах, по оси ординат - соответствующие им значения оптических плотностей.

(Измененная редакция, Изм. N 6).

3.6.3. Проведение анализа

5 см³ раствора 1, приготовленного по п.3.5, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 25 см³ воды, 0,5 см³ раствора азотной кислоты, 1 см³ азотно-кислого серебра, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Через 5 мин раствор фотометрируют по п.3.6.2.

3.6.4. Обработка результатов

Массовую долю хлоридов (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 5 \cdot 10^6},$$

где m_1 - масса хлоридов, найденная по градуировочному графику, мкг;

m - масса навески анализируемой кислоты, г.

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

(Измененная редакция, Изм. N 3, 4, 6).

3.7. Определение массовой доли сульфатов

3.7.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80, х.ч., раствор; готовят следующим образом: 75 г ортофосфорной кислоты взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доводят водой до метки;

барий хлористый по ГОСТ 4108-72, х.ч., раствор с массовой долей хлористого бария 10%;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей крахмала растворимого 1%, свежеприготовленный и профильтрованный;

раствор, содержащий 1 мг SO_4^{2-} в 1 см³, готовят по ГОСТ 4212-76 (раствор А), 20 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора водой до метки, тщательно перемешивают (раствор Б, свежеприготовленный);

1 см³ раствора Б содержит 20 мкг SO_4^{2-} ;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

бюретки, пипетки по ГОСТ 20292-74, пробирки, колбы мерные, цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 или аналогичного типа;

допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

3.7.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию образцовых растворов; в мерные колбы вместимостью 25 см³ вносят 1,25; 2,5; 3,75; 5; 7,5 см³ раствора Б, что соответствует 25; 50; 75; 100; 150 мкг SO₄²⁻.

В каждый раствор прибавляют 8 см³ раствора ортофосфорной кислоты, 3 см³ крахмала и тщательно перемешивают. Затем прибавляют 5 см³ хлористого бария, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, не содержащий SO₄²⁻. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см³ прибавляют в удвоенном количестве и в том же порядке все реактивы, как и к образцовым растворам.

Через 30 мин измеряют оптические плотности образцовых растворов по отношению к раствору сравнения. Измерение производят в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм на фотоэлектроколориметре ФЭК-56 со светофильтром N 5 (490 нм).

По полученным данным оптических плотностей строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в образцовых растворах массы SO₄²⁻ в микрограммах, по оси ординат - соответствующие им значения оптических плотностей.

3.7.3. Проведение анализа

5 см³ раствора 1, приготовленного по п.3.5, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, прибавляют 6,5 см³ раствора ортофосфорной кислоты, 3 см³ раствора крахмала, 3 см³ воды и тщательно перемешивают. Затем к раствору прибавляют 5 см³ хлористого бария, доводят объем раствора водой до метки, закрывают колбу и снова перемешивают.

Через 30 мин раствор фотометрируют по п.3.7.2.

3.7.4. Обработка результатов

Массовую долю сульфатов (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 5 \cdot 10^6},$$

где m_1 - масса сульфатов, найденная по градуировочному графику, мкг;

m - масса навески анализируемой кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,001%.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом, при поставках на экспорт - по ГОСТ 24024.12-81 визуальным методом.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 4, 6).

3.8. Определение массовой доли нитратов

3.8.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.;

натрий хлористый по ГОСТ 4233-77, ч.д.а., раствор готовят следующим образом: 0,5 г хлористого натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) и растворяют в

200 см³ воды; 2 см³ раствора содержат 5 мг Cl⁻;

индиго (органический краситель) по ГОСТ 6392-74, раствор готовят по ГОСТ 4517-87, раствор 1 (1:40) хранится в течение 1 года; 4 см³ раствора 1 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора водой до метки - раствор 2 (1:1000), хранится в течение шести месяцев; 20 см³ раствора 2 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора водой до метки - раствор 3 (1:5000), свежеприготовленный;

раствор, содержащий 1 мг NO⁻ в 1 см³, готовят по ГОСТ 4212-76 (раствор А): 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают (раствор Б); свежеприготовленный; 1 см³ раствора Б содержит 10 мкг NO³⁻;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

бюретки, пипетки по ГОСТ 20292-74, пробирки, колбы мерные, цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 или аналогичного типа;

допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

3.8.2. Проведение анализа

4 г анализируемой кислоты взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в мерный цилиндр или пробирку, откалиброванную на 30 см³, прибавляют 2 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индиго 3, 10 см³ серной кислоты и тщательно перемешивают. Через 10 мин доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

Кислоту считают соответствующей требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора будет одинаковой или интенсивнее окраски растворов сравнения, содержащих в том же объеме 2 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора 3, 10 см³ серной кислоты, а также для кислоты 1-го сорта - 2 см³ раствора Б, для 2-го сорта - 4 см³ раствора Б и для пищевой кислоты - 1,2 см³ раствора Б.

3.8.1, 3.8.2. (Измененная редакция, Изм. N 4).

3.9. Определение массовой доли железа

3.9.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

кислота уксусная по ГОСТ 61-75, раствор с массовой долей уксусной кислоты 12%;

кислота серная по ГОСТ 4204-77; раствор концентрации $c(1/2H_2SO_4)=0,001$ моль/дм³ (0,001 н.); готовят по ГОСТ 25794.1-83;

аммиак водный по ГОСТ 3760-79, раствор с массовой долей аммиака 10%;

гидроксиламин соляно-кислый по ГОСТ 5456-79;

натрий уксусно-кислый по ГОСТ 199-78;

буферный раствор с pH 5, готовят следующим образом: 38 г уксусно-кислого натрия растворяют в воде, затем добавляют 50 см³ раствора уксусной кислоты, доводят объем раствора водой до 1 дм³ и перемешивают;

о-фенантролин, готовят следующим образом: к 200 см³ воды добавляют 100 см³ буферного раствора, 10 г соляно-кислого гидроксиламина и 0,1 г о-фенантролина; раствор сохраняют в склянке из оранжевого стекла с притертой пробкой;

раствор, содержащий 1 мг Fe²⁺ в 1 см³, готовят по ГОСТ 4212-76 (раствор А);

10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора 0,001 н. раствором серной кислоты до метки и тщательно перемешивают (раствор Б), свежеприготовленный;

1 см³ раствора Б содержит 10 мкг Fe²⁺;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

бюретки, пипетки по ГОСТ 20292-74, пробирки, колбы мерные, цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 или аналогичного типа;

допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

3.9.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию образцовых растворов: в стаканы вместимостью 100 см³ вносят 0; 2; 4; 6; 8; 10; 12 см³ раствора Б, что соответствует 0, 20, 40, 60, 80, 100 и 120 мкг железа.

В каждый раствор прибавляют по 0,1 см³ раствора уксусной кислоты, 5 см³ о-фенантролина и 20 см³ буферного раствора.

Растворы погружают на 10 мин в кипящую водяную баню, после этого охлаждают. Затем растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³, доводят объем растворов водой до метки и перемешивают.

Измерение оптической плотности растворов проводят по отношению к контрольному раствору в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм на фотоэлектроколориметре при длине волны (490±10) нм.

По полученным данным оптических плотностей строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в образцовых растворах массы железа в микрограммах, по оси ординат - соответствующие им значения оптических плотностей.

(Измененная редакция, Изм. N 6).

3.9.3. Проведение анализа

5,0 см³ раствора 1, приготовленного по п.3.5, помещают в стакан вместимостью 100 см³ 0,1 см³ уксусной кислоты, 5 см³ фенантролина, 20 см³ буферного раствора и погружают на 10 мин в кипящую водяную баню, охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к нулевому раствору по п.3.9.2.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.9.4. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 5 \cdot 10^6},$$

где m_1 - масса железа, найденная по градуировочному графику, мкг;

m - масса навески анализируемой кислоты, г.

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

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят по ГОСТ 24024.11-81 с применением α , α' -дипиридила.

Допускается проводить определение массовой доли железа сульфосалициловым методом по ГОСТ 10555-75.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 4, 6).

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

3.10.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, растворы с массовой долей гидроокиси натрия 10%;

калий-натрий винно-кислый по ГОСТ 5845-79, раствор с массовой долей калия-натрия винно-кислого 20%;

тиоацетамид, ч., раствор с массовой долей тиоацетамида 2%, фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", годен в течение 3 сут;

раствор, содержащий 1 мг Pb в 1 см³, готовят по ГОСТ 4212-76 (раствор А);

10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствором уксусной кислоты до метки (раствор Б свежеприготовленный); 1 см раствора содержит 10 мкг Pb;

бумага индикаторная универсальная;

кислота уксусная по ГОСТ 61-75, раствор концентрации $c(\text{CH}_3\text{COOH})=0,001$
моль/дм³; вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

бюретки, пипетки по ГОСТ 20292-74, пробирки, колбы мерные, цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 или аналогичного типа;

допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

(Измененная редакция, Изм. N 6).

3.10.2. Проведение анализа

Определение проводят фотоколориметрическим тиацетамидным методом по ГОСТ 17319-76.

Для этого 25 см³ раствора 1, приготовленного по п.3.5, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге до pH 6-7 раствором с массовой долей гидроксида натрия 10%, охлаждают раствор до комнатной температуры, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и далее анализ ведут по ГОСТ 17319-76, п.4.4.

Допускается определение массовой доли тяжелых металлов сероводородным методом по ГОСТ 17319-76.

Допускается проводить определение массовой доли тяжелых металлов в ортофосфорной кислоте марки Б визуальным тиацетамидным методом по ГОСТ 17319-76, п.4.3.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов сероводородной группы анализ проводят по ГОСТ 24024.7-80.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

3.11. Определение массовой доли мышьяка с диэтилдитиокарбаматом серебра в диметилформамиде

3.11.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

кислота соляная по ГОСТ 3118-77, плотностью 1,19 г/см³;

олово двухлористое по ТУ 6-09-5393-78; готовят растворением 40 г $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в смеси 25 см³ воды и 75 см³ соляной кислоты при нагревании;

калий йодистый по ГОСТ 4232-74, раствор с массовой долей йодистого калия 15%;

цинк металлический по ТУ 6-09-5294-86 гранулированный, не содержащий мышьяка;

калий бромистый по ГОСТ 4160-74;

калий бромовато-кислый по ГОСТ 4457-74;

бромид-броматный раствор; готовят растворением 20 г бромистого калия и 5,2 г бромовато-кислого калия в воде и доводят объем водой до 200 см³;

свинец уксусно-кислый по ГОСТ 1027-67, раствор с массовой долей уксусно-кислого свинца 5%;

серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277-75, ч.д.а.;

диметилформаид по ГОСТ 20289-74;

1-эфедрин фармакопейный;

натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864-71;

бумага, пропитанная раствором уксусно-кислого свинца, готовят по ГОСТ 4517-87;

серебра диэтилдитиокарбамат; готовят следующим образом: растворяют 2,25 г диэтилдитиокарбамата натрия в 100 см³ дистиллированной воды и осаждают небольшими порциями раствора нитрата серебра, приготовленного растворением 1,7 г AgNO₃ в 100 см³ дистиллированной воды. Осадок, который должен быть светло-желтым, промывают водой, фильтруют и высушивают на воздухе в темном месте, хранят в склянке из темного стекла;

поглотительный раствор готовят следующим образом: в 1000 см³ диметилформаида растворяют 0,25 г диэтилдитиокарбамата серебра и 0,25 г 1-эфедрина при интенсивном перемешивании в течение 1 ч, после этого раствор фильтруют через бумажный фильтр в сухую склянку из темного стекла. Раствор пригоден в течение двух недель;

раствор мышьяка, содержащий 0,1 мг As³⁺ в 1 см³; готовят по ГОСТ 4212-76 (раствор А);

2,5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор Б).

1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг As³⁺;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

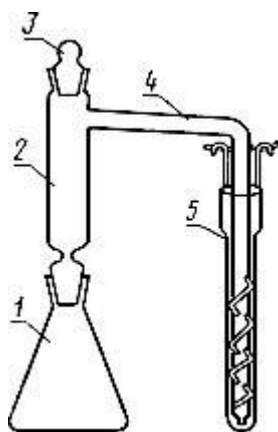
колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2 или спектрофотометр типа СФ-4А.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

3.11.2. Подготовка к анализу

3.11.2.1. Прибор для определения мышьяка

Прибор состоит (см. чертёж) из конической колбы 1 вместимостью 100 см³, в которую вставляется на шлифе или резиновой пробке фильтрующая насадка 2 для заполнения бумагой, пропитанной раствором уксусно-кислого свинца. Сверху насадка закрывается пришлифованной или резиновой пробкой 3. Насадка имеет боковой отвод 4, заканчивающийся капилляром и навинченной припаиванной стеклянной спиралью.



1 - коническая колба; 2 - фильтрующая насадка; 3 - пробка; 4 - боковой отвод; 5 - поглотительный сосуд

Поглотительный сосуд 5 представляет собой пробирку с расширением сверху и крючками для подвешивания на боковом отводе фильтрующей насадки. Длина узкой части пробирки 10-11 см, внутренний диаметр - 1 см. Высота расширенной части - 3 см.

3.11.2.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию образцовых растворов: в колбы для отгонки мышьяка вносят 2, 4, 6, 8, 10, 12, 15 см³ раствора Б, что соответствует 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; 0,012; 0,015 мг As³⁺.

В колбы добавляют до 30 см³ воды, 10 см³ соляной кислоты, 2 см³ раствора йодистого калия и 2 см³ хлористого олова. Раствор перемешивают и оставляют на 15 мин.

Собирают прибор: фильтрационную колонку заполняют сухой бумагой, пропитанной раствором уксусно-кислого свинца. В поглотительный сосуд наливают 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата серебра в диметилформамиде, помещают внутрь трубку бокового отвода и подвешивают сосуд к отводу на крючках.

В колбу для отгонки помещают 5 г металлического цинка и быстро закрывают колбу колонкой.

Отгонку мышьяка ведут в течение 1 ч, после этого измеряют оптические плотности образцовых растворов по отношению к раствору сравнения при длине волны (540±10) нм в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

В качестве раствора сравнения применяют поглотительный раствор.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в образцовых растворах массы мышьяка в миллиграммах, по оси ординат - соответствующие им значения оптических плотностей.

(Измененная редакция, Изм. N 6).

3.11.3. Проведение анализа

50 г кислоты марки А или 5 г кислоты марки Б взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 250 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25-30 см³ раствора кислоты марки А или 5-10 см³ раствора кислоты марки Б помещают в коническую колбу прибора, добавляют до 30 см³ воды, 5 см³ соляной кислоты, 1 см³ бромид-броматного раствора. Нагревают на кипящей водяной бане и оставляют раствор на 10 мин.

В течение этого времени желтая окраска, вызванная свободным бромом, должна быть устойчивой. Если раствор обесцветится, добавляют бромид-броматный раствор до появления устойчивой окраски. По истечении 10 мин пробу

нагревают на электроплитке до кипения и кипятят до обесцвечивания раствора.

Затем раствор охлаждают, добавляют воду приблизительно до 30-35 см³, 5 см³ соляной кислоты, 2 см³ раствора йодистого калия и 2 см³ раствора хлористого олова. Раствор перемешивают и выдерживают в течение 15 мин.

Собирают прибор: фильтрационную колонку заполняют сухой бумагой, пропитанной раствором уксусно-кислого свинца. В поглотительный сосуд наливают 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата серебра в диметилформамиде. Внутри сосуда помещают трубку бокового отвода и подвешивают сосуд к отводу на крючках. В колбу для отгонки помещают 5 г металлического цинка и быстро закрывают колбу колонкой.

Отгонку мышьяка и измерение оптической плотности растворов проводят, как указано в п.3.11.2.2.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

3.11.4. Обработка результатов

Массовую долю мышьяка (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot V \cdot m},$$

где m_1 - масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, мг;

V - объем раствора, взятый для определения, см³;

m - масса навески кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 10% относительно среднего результата определяемой величины.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят по ГОСТ 24024.10-81 с применением пиридина.

При разногласии допускается определение массовой доли мышьяка проводить по ГОСТ 10485-75 с применением бромно-ртутной бумаги.

(Измененная редакция, Изм. N 6).

3.11-3.11.4. (Введены дополнительно, Изм. N 3, 4).

3.12. Определение массовой доли восстанавливающих веществ в пересчете на H³PO³

3.12.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч., раствор концентрации $c(1/2H_2SO_4)=4$ моль/дм³ (4 н.); готовят по ГОСТ 25794.1-83;

калий бромовато-кислый по ГОСТ 4457-74, х.ч., раствор концентрации $c(1/6KBrO_3)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); калий бромистый по ГОСТ 4160-74, ч.д.а.;

калий йодистый по ГОСТ 4232-74, х.ч., раствор с массовой долей йодистого калия 20%;

калий бромид-бромат, раствор; готовят следующим образом: 0,496 г бромистого калия растворяют в 50 см³ раствора бромновато-кислого калия концентрации $c(1/6 \text{ KBrO}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.) и разбавляют до 100 см³;

натрий серноватисто-кислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223-75, раствор концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 1%, свежеприготовленный;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

бюретки, пипетки по ГОСТ 20292-74, пробирки, колбы мерные, цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 или аналогичного типа;

допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

3.12.2. Проведение анализа

10 г анализируемой кислоты взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), переносят в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 300 см³, добавляют 100 см³ воды, 10 см³ раствора серной кислоты, 1 см³ раствора бромид-бромата калия и 25 см³ раствора бромновато-кислого калия. Пробу нагревают до кипения, не закрывая пробкой, убирают с плитки, дают постоять около 10 мин и затем кипятят для удаления выделившегося брома, т.е. до полного обесцвечивания. После этого пробу охлаждают, прибавляют 1-2 г йодистого калия, перемешивают, закрывают колбу пробкой и выдерживают 5 мин в темном месте. Затем раствор титруют тиосульфатом натрия до обесцвечивания, добавляя к концу титрования 1 см³ раствора крахмала.

Одновременно проводят контрольный опыт: в коническую колбу с притертой пробкой прибавляют 100 см³ воды, 10 см³ раствора серной кислоты, 1 см³ раствора бромид-бромата калия, 25 см³ раствора бромновато-кислого калия и продолжают анализ, как описано выше.

(Измененная редакция, Изм. N 6).

3.12.3. Обработка результатов

Массовую долю восстанавливающих веществ в пересчете на H_3PO_3 (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V - V_1) \cdot 3,418 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где V - объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

V_1 - объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

m - масса навески анализируемой кислоты, г;

3,418 - масса H^3PO^3 , соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,01%.

Допускается определение массовой доли восстанавливающих веществ - по ГОСТ 6552-80.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 4, 6).

3.13. Определение наличия метафосфорной кислоты (HPO^3)

3.13.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

альбумин яичный, раствор; готовят следующим образом: 5 г альбумина взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в коническую колбу, прибавляют 250 см³ воды, тщательно перемешивают в течение 10 мин и фильтруют. При отсутствии альбумина берут белок из одного свежего яйца и после взвешивания прибавляют к нему воду с таким расчетом, чтобы получить приблизительно раствор с массовой долей белка 20%. Белок растворяют осторожным вращением стакана так, чтобы избежать образования пены, после этого раствор фильтруют;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

бюретки, пипетки по ГОСТ 20292-74, пробирки, колбы мерные, цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 или аналогичного типа;

допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

3.13.2. Проведение анализа

25 г пищевой кислоты и технической 1-го сорта, 10 г технической кислоты 2-го сорта, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доводят объем раствора водой до метки.

5,0 см³ полученного раствора переносят в градуированный цилиндр с притертой пробкой, добавляют до 10 см³ воды, 5 см³ раствора альбумина и перемешивают без взбалтывания.

Кислоту считают соответствующей требованиям настоящего стандарта, если раствор остается прозрачным.

3.13.1, 3.13.2. (Измененная редакция, Изм. N 4).

3.14. Определение массовой доли взвешенных частиц

3.14.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

10 г анализируемой кислоты взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), прибавляют 100 см³ дистиллированной воды и фильтруют через высушенный при 105°C и доведенный до постоянной массы стеклянный фильтрующий тигель.

Осадок промывают до нейтральной реакции (проба на лакмус), затем фильтр с осадком высушивают при 105°C до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

3.14.1а. Средства измерения, реактивы и растворы:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности, по ГОСТ 24104-88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

тигель стеклянный фильтрующий типа ТФ-ПОР 16 по ГОСТ 25336-82.

Допускается применение других средств измерения с аналогичными технологическими и метрологическими характеристиками.

(Введен дополнительно, Изм. N 6).

3.14.2. *Обработка результатов*

Массовую долю взвешенных частиц (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2},$$

где m - масса фильтра с осадком, г;

m_1 - масса фильтра, г;

m_2 - масса навески анализируемой кислоты, г.

Примечание. Для кислот 1-го сорта и пищевой привеса не должно быть.

3.15. Определение наличия желтого фосфора (P⁴)

3.15.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277-75, насыщенный спиртовой раствор;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87;

бензол по ГОСТ 5955-75;

спиртобензольная смесь (2:1);

метиловый оранжевый, водный раствор с массовой долей 0,1%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

бюретки, пипетки по ГОСТ 20292-74, пробирки, колбы мерные, цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 или аналогичного типа;

допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

3.15.2. Проведение анализа

8 г анализируемой кислоты взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³, смывая остатки кислоты несколькими кубическими сантиметрами воды, прибавляют в воронку 5-7 см³ бензола, экстрагируют фосфор в течение 2-3 мин при интенсивном встряхивании. После отстаивания отделяют водный слой.

Бензольный слой в воронке промывают несколько раз водой до отсутствия кислой реакции в промывных водах по метиловому оранжевому, помещают в калиброванную пробирку на 10 см³ с притертой пробкой, ополаскивают воронку 2-3 см³ спирта, доводят объем в пробирке до метки спиртобензольной смесью и перемешивают.

5 см³ полученного раствора помещают в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, прибавляют 2 капли раствора азотно-кислого серебра, пробирку закрывают пробкой и перемешивают. Кислоту считают соответствующей требованиям настоящего стандарта, если при наблюдении на белом фоне раствор не будет иметь окраску.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 4).

3.16. Определение массовой доли фтора

3.16.1. Средства измерения, реактивы и растворы:

кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61-75;

аммиак водный по ГОСТ 3760-79, раствор 1:1;

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

аммоний уксусно-кислый по ГОСТ 3117-78;

калий хлористый по ГОСТ 4234-77, х.ч., кристаллический;

соль динатриевая этилендиамин-N,N,N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652-73, раствор с массовой долей 10%;

фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6-09-5360-87, спиртовой раствор с массовой долей 0,5%;

ацетатно-аммонийный буферный раствор pH 5,7-5,9; готовят следующим образом: растворяют 231 г уксусно-кислого аммония в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают. Добавляют 10-15 см³ уксусной кислоты, доводят pH раствора до 5,7-5,9. Величину pH приготовленного раствора проверяют с помощью pH-метра;

раствор для заполнения фторселективного электрода; готовят следующим образом: взвешивают 2,1 г фтористого натрия и 3,73 г хлористого калия (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 500 см³. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде;

образцовый раствор, содержащий $1 \cdot 10^{-1}$ г-ион/дм³ фтора; готовят следующим образом: взвешивают 4,2 г фтористого натрия (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, прибавляют 200 см³ ацетатно-аммонийного буферного раствора. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают;

образцовый раствор, содержащий $1 \cdot 10^{-2}$ г-ион/дм³ фтора; готовят следующим образом: 100 см³ раствора $1 \cdot 10^{-1}$ г-ион/дм³ фтора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, прибавляют 180 см³ буферного раствора.

Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Растворы, содержащие $1 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-5}$ г-ион/дм³ фтора; готовят последовательным подобным разбавлением предыдущих растворов.

Образцовые растворы хранят в полиэтиленовой посуде;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

pH-метр типа pH-340;

электрод фторселективный типа ЭФ-IV или любой другой аналогичной конструкции;

электрод сравнения хлорсеребряный типа ЭВЛ-1МЗ;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

бюретки, пипетки по ГОСТ 20292-74, пробирки, колбы мерные, цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 или аналогичного типа;

допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

(Измененная редакция, Изм. N 4).

3.16.2. Подготовка к анализу

3.16.2.1. Построение градуировочного графика

Для каждого образцового раствора определяют величину потенциала в милливольтках следующим образом: 25-30 см³ образцового раствора помещают в стакан вместимостью 50 см³, в него погружают фторселективный и хлорсеребряный электроды и измеряют величину потенциала после установления равновесного значения. На основании полученных результатов строят градуировочный график на полулогарифмической бумаге, откладывая на оси абсцисс - ионные концентрации фтора в г-ион/л в логарифмическом масштабе, а на оси ординат - соответствующие им значения величины потенциала в милливольтках.

Градуировочный график прямолинеен в области $1 \cdot 10^{-5}$ - $1 \cdot 10^{-1}$ г-ион/л фтора.

Градуировочный график проверяют ежедневно.

3.16.3. Проведение анализа

3-4 г анализируемой кислоты взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют воды 20-30 см³, 2 см³ раствора трилона Б, 2-3 капли фенолфталеина и по каплям раствор аммиака до появления малиновой окраски. Затем прибавляют 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 и измеряют электродный потенциал после установления его равновесного значения. По градуировочному графику определяют ионную концентрацию фтора в растворе в г-ион/л.

(Измененная редакция, Изм. N 4).

3.16.4. Обработка результатов

Массовую долю фтора (X_{F}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{C \cdot 0,019 \cdot 100 \cdot 100}{m},$$

где C - ионная концентрация фтора, найденная по градуировочному графику, г·ион/дм³;

m - масса навески образца, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,02%.

(Измененная редакция, Изм. N 6).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Термическую ортофосфорную кислоту 1 и 2-го сортов упаковывают в стеклянные бутылки, полиэтиленовые бутылки и канистры или в специальные контейнеры вместимостью до 6 м³.

Пищевую термическую ортофосфорную кислоту упаковывают в стеклянные бутылки вместимостью 20 дм³.

Термическую фосфорную кислоту, предназначенную для поставки на экспорт, упаковывают в соответствии с ГОСТ 26319-84.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 6).

4.2. Стеклянные бутылки закрывают стеклянными, полиэтиленовыми пробками или завинчивающимися пластмассовыми крышками, головки обвязывают полиэтиленовой пленкой (ГОСТ 10354-73).

4.3. Стеклянные бутылки, полиэтиленовые канистры и бутылки упаковывают в плотные дощатые ящики типов I и II-2 по ГОСТ 2991-85 или ящик N 3-2 по ГОСТ 18573-86, заполненный рыхлым упаковочным материалом или в полиэтиленовые барабаны (стеклянные бутылки вместимостью 20 дм³).

Масса грузового места - не более 45 кг для ящиков типа I и N 4 и не более 60 кг - для ящиков типа II-2.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 5).

4.4. К горлышку каждой бутылки, канистры прикрепляют ярлык или накладывают этикетку на пробку (крышку) с обвязкой полиэтиленовой пленкой с указанием:

- а) наименования предприятия-изготовителя;
- б) наименования продукта и сорта с указанием "пищевая" или "техническая";
- в) "брутто" и "нетто";
- г) номера партии.

4.5. Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192-77 с нанесением основных, дополнительных, информационных надписей, манипуляционного знака "Верх, не кантовать", знака опасности по ГОСТ 19433-88 (класс 8, подкласс 8.1, черт.8, классификационный шифр 8113), серийного номера 00Н 1805, номер аварийной карточки 101.

Дополнительно на каждую единицу транспортной тары наносят следующие обозначения:

наименование продукта, марку, сорт;

номер партии;

дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

На контейнеры наносят предупредительные надписи: "Опасно", "Едкая жидкость".

Транспортная маркировка грузов для экспорта осуществляется в соответствии с заказом-нарядом внешнеторговой организации и по ГОСТ 14192-77.

Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение термической ортофосфорной кислоты для районов Крайнего Севера и труднодоступных районов должны соответствовать требованиям настоящего стандарта и ГОСТ 15846-79.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 5, 6).

4.6. (Исключен, Изм. N 4).

4.7. Термическую ортофосфорную кислоту транспортируют железнодорожным и автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на транспорте данного вида.

Кислоту, упакованную, как указано в п.4.3, транспортируют в крытых транспортных средствах повагонными отправками.

Ортофосфорную термическую кислоту по железным дорогам транспортируют также в вагонах-цистернах по ГОСТ 10674-82. Степень (уровень) заполнения цистерн следует рассчитывать с учетом полного использования вместимости (грузоподъемности) цистерн и объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

Ортофосфорную кислоту в специальных контейнерах вместимостью до 6 м³ перевозят автомобильным транспортом.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 5, 6).

4.8. Термическую ортофосфорную кислоту хранят в стальных футерованных закрытых емкостях, а также в бутылках, канистрах и контейнерах, в которых она транспортировалась.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-изготовителя. Изготовитель гарантирует соответствие всего выпускаемого продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения термической ортофосфорной кислоты - шесть месяцев со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. N 4).

Разд.6. (Исключен, Изм. N 4).

Электронный текст документа

подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: Издательство стандартов, 1993