

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

**КАЛЬЦИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ
ДВУЗАМЕЩЕННЫЙ 2-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 2—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КАЛЬЦИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ
ДВУЗАМЕЩЕННЫЙ 2-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ
3204—76Reagents. Calcium hydrogen phosphate dihydrate.
Specifications

ОКП 26 2122 0510 10

Дата введения 01.07.77

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

Формула: $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

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

Все требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

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

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2122 0512 05	Чистый (ч.) ОКП 26 2122 0511 06
1. Массовая доля 2-водного двузамещенного фосфорнокислого кальция ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), %	99,5—102,0	98,0—102,0
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,005	0,005
3. Массовая доля потерь при прокаливании, %	24—26	23—26
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,01	0,04
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,010
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0015	0,0030
7. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,0001	0,0020
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	0,001

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

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

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

3.2. Определение массовой доли 2-водного двузамещенного фосфорнокислого кальция

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,2000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 60 см³ воды, 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и нагревают до полного растворения препарата. Раствор охлаждают, прибавляют 35 см³ раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм³, около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т, 10 см³ буферного раствора I с pH 9,5—10, перемешивают и титруют раствором 7-водного сернокислого цинка до перехода синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

3.2.3. Обработку результатов проводят по ГОСТ 10398.

Масса двузамещенного 2-водного фосфорнокислого кальция, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 М), составляет 0,008605 г.

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

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

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

3.3.1. *Аппаратура, посуда, реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Колба 2—500—2 по ГОСТ 1770.

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

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

Цилиндр 1(3)—100(250) по ГОСТ 1770.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в смеси, состоящей из 100 см³ раствора соляной кислоты и 200 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

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

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

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

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

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

3.4. Определение массовой доли потерь при прокаливании.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.1. Проведение анализа

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.2. Обработка результатов

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

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

где m — масса навески препарата, г;

m_1 — масса прокаленного остатка, г.

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

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

3.5. Определение массовой доли сульфатов

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

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,08 мг.

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

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

3.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7.

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

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

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг,

для препарата чистый — 0,100 мг.

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

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

3.7. Определение массовой доли железа

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

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

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

для препарата чистый — 0,030 мг Fe,

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

3.8. Определение массовой доли мышьяка

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

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

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

для препарата чистый — 0,0050 мг As,

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

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

3.9. Определение массовой доли тяжелых металлов

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

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг Pb,

для препарата чистый — 0,02 мг Pb,

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9.

Группа фасовки: III, IV, V.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

Разд. 6. (Исключен, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

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

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

3. ВЗАМЕН ГОСТ 3204—66

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

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

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

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

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

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

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