



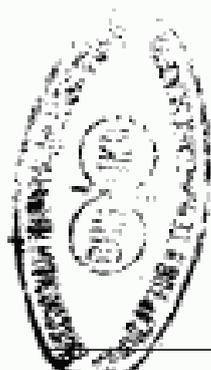
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

# ДИАММОНИЙФОСФАТ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 8515—75

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва



ГОСТ 8515-75, Диаммонийфосфат. Технические условия  
Diammonium phosphate technical. Specifications

Редактор *Р. С. Федорова*  
Технический редактор *О. Н. Никитина*  
Корректор *В. И. Кануркина*

Славо в наб. 11.03.88 Подп. в печ. 04.04.88 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,90 уч.-изд. л.  
Тир. 6 000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123940, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тир. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1885

**GOST**  
СТАНДАРТЫ

ГОСТ 8813-75. Диламонийфосфат. Технические условия  
Diammonium phosphate technical. Specifications

## ДИАММОНИЙФОСФАТ

Технические условия  
Diammonium phosphate,  
Specifications

ГОСТ  
8515—75

ОКП 21 4815

Срок действия с 01.07.77  
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на диаммонийфосфат (двузамещенный фосфорнокислый аммоний), получаемый нейтрализацией термической или экстракционной фосфорной кислоты аммиаком с последующей кристаллизацией и центрифугированием.

Диаммонийфосфат предназначается для пропитки древесины и тканей, для придания им огнестойкости, для пищевой и фармацевтической промышленности и других целей.

Формула  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1977 г.) — 132,057.

## 1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Диаммонийфосфат должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

Диаммонийфосфат изготавливают следующих марок:

- А — пищевой (получается на основе термической ортофосфорной кислоты);
- Б — технический (получается на основе термической фосфорной кислоты);
- В — технический (получается на основе экстракционной фосфорной кислоты).

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1.2. По физико-химическим показателям диаммонийфосфат должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1988

Таблица 1

Наименование показателя	Номина для марки		
	А	В	В
	ОКП 21 4815 10300	ОКП 21 4815 01000	ОКП 21 4815 03000
1. Внешний вид	Кристаллы белого цвета	Кристаллы белого цвета, допускается желтоватый или серый оттенок	Кристаллы белого цвета, допускается желтоватый или серый оттенок
2. Массовая доля общего оксида фосфора (V), %, не менее	52,0	52,0	50,0
3. Массовая доля аммиака, %, не менее	23,5	23,0	23
4. Массовая доля влаги, %, не более	4,0	5,0	5,0
5. Массовая доля мышьяка, %, не более	0,001	Не нормируется	Не нормируется
6. Массовая доля тяжелых металлов сероводородной группы (Pb), %, не более	0,002	То же	То же
7. Массовая доля фторидов, %, не более	0,01	0,1	*

Примечание. Показатель «Массовая доля фторидов» не нормируется до 01.07.88. Определение обязательное с указанным значением в документе о качестве.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

## 1.3. (Исключен, Изм. № 3).

## 1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Диаммонийфосфат не токсичен, пожаро- и взрывобезопасен.

1а.2. Вдыхание пыли диаммонийфосфата может вызвать раздражение слизистых оболочек и дыхательных путей.

1а.3. Производственные помещения, в которых проводят работы с диаммонийфосфатом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

1а.4. Все работы с диаммонийфосфатом должны проводиться в специальной одежде по ГОСТ 12.4.103—83 и в индивидуальных средствах защиты органов дыхания в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.028—76, защитные очки — по ГОСТ 12.4.013—85.

Разд. 1а. (Введен дополнительно, Изм. № 3).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Диаммонийфосфат принимают партиями. Партией считают количество однородного по своим качественным показателям продукта, сопровождаемого одним документом о качестве, массой не более 60 т.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта, марку;

массу брутто и нетто;

результаты проведенных анализов;

обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. Для контроля качества диаммонийфосфата, находящегося в движении, пробы отбирают механизированным способом с транспортной ленты или в местах перепада потока перед затариванием с периодом отбора, обеспечивающим получение точечной пробы массой 0,2 кг от 5 т продукта.

2.3. Для контроля качества упакованного диаммонийфосфата отбирают 10% упаковочных единиц, но не менее трех при малых партиях.

2.2; 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 4).

2.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке от той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

2.5. Определение массовой доли фторидов в продукте марки А изготовитель проводит периодически — не реже одного раза в

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы от упакованного продукта отбирают щупом, погружая его на  $3/4$  глубины упаковочной единицы.

Масса точечной пробы не должна быть менее 0,1 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.2. Отобранные разовые пробы соединяют, тщательно перемешивают, сокращают квартованием до получения средней пробы массой около 0,5 кг и помещают в чистую сухую банку, плотно закрываемую пробкой. На банку наклеивают этикетку с обозначениями наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы.

3.3. Внешний вид диаммонийфосфата определяют визуально.

3.4. Определение массовой доли общего  $P_2O_5$

3.4.1. *Применяемые реактивы, растворы и аппаратура:*

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,36 г/см<sup>3</sup> (свободная от окислов азота) и разбавленная 1 : 3;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78;

аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, х. ч., высушенный при 110°C до постоянной массы;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

молибденованадиевый реактив, готовят следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, нагретой до 50—60°C, охлаждают и фильтруют (раствор 1).

1,5 г ванадиевого аммония взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 250 см<sup>3</sup> воды, нагретой до 50—60°C (если раствор желтеет, необходимо перед нагреванием добавить несколько капель аммиака). Раствор охлаждают, фильтруют и прибавляют 250 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 1 : 3 (раствор 2).

Раствор 1 наливают при помешивании в раствор 2, после этого добавляют к раствору 350 см<sup>3</sup> азотной кислоты плотностью 1,36 г/см<sup>3</sup> и перемешивают. Полученный молибденованадиевый реактив устойчив в течение длительного времени;

раствор, содержащий  $P_2O_5$ , готовят следующим образом: 0,4794 г однозамещенного фосфорнокислого калия, высушенного над серной кислотой, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и до метки заполняют водой; 1 см<sup>3</sup> приготовленного раствора содержит 0,25 мг  $P_2O_5$  (раствор А);

фотоколориметр ФЭК-56 или другого типа.

3.4.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10, 14, 18, ..., 30 см<sup>3</sup> раствора А, что соответствует 2,5; 3,5; 4,5...; 7,5 мг

В каждую колбу прибавляют приблизительно до 70 см<sup>3</sup> воды и 25 см<sup>3</sup> молибденованадиевого реактива. Объем растворов доводят водой до метки, перемешивают и через 20—30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре ФЭК-56 со светофильтром 4 ( $\lambda=440$  нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, используя в качестве раствора сравнения начальную пробу (раствор, содержащий 2,5 мг Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub>).

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси ординат значение оптической плотности, оси абсцисс — массу Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub> в миллиграммах.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

#### 3.4.3. Проведение анализа

1 г продукта взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве воды, объем доводят водой до метки и перемешивают. 5 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют воды приблизительно до 70 см<sup>3</sup> и 25 см<sup>3</sup> молибденованадиевого реактива. Доводят объем раствора до метки водой, перемешивают и через 20—30 мин измеряют оптическую плотность раствора в тех же условиях, что при построении градуировочного графика, по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,5 мг Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub> и приготовленному одновременно с анализируемой пробой.

Массу общего Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub> в миллиграммах находят по градуировочному графику.

#### 3.4.4. Обработка результатов

Массовую долю общего Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub> (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{1000 \cdot 5 \cdot m},$$

где  $m_1$  — масса Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub>, найденная по градуировочному графику, мг;  
 $m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

При разногласиях в оценке массовой доли общего Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub> анализ проводят по ГОСТ 24024.8—81 потенциометрическим методом.

### 3.5. Определение массовой доли аммиака

#### 3.5.1. Применяемые реактивы, растворы и аппаратура:

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

реактив Несслера (если раствор с осадком, необходимо перед добавлением к пробе фильтровать);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

раствор, содержащий NH<sub>3</sub>, готовят следующим образом:

3,1434 г хлористого аммония, высушенного до постоянной массы

при 100—105°C, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> заполняют водой до метки и перемешивают (раствор А). 1 см<sup>3</sup> приготовленного раствора содержит 1 мг NH<sub>3</sub>.

25 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, объем раствора доводят до метки водой и перемешивают (раствор Б). 1 см<sup>3</sup> приготовленного раствора содержит 0,1 мг NH<sub>3</sub>; фотозлектроколориметр ФЭК-56 или другого типа.

### 3.5.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 4, 5, 6, ..., 11 см<sup>3</sup> раствора Б, что соответствует 400, 500, 600, ..., 1100 мкг NH<sub>3</sub>.

После этого добавляют 80—90 см<sup>3</sup> воды и 4 см<sup>3</sup> реактива Несслера при перемешивании. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность измеряют через 10 мин в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм на фотозлектроколориметре типа ФЭК-56 со светофильтром 5 ( $\lambda = 490$  нм).

В качестве раствора сравнения используют начальную пробу (раствор, содержащий 400 мкг NH<sub>3</sub>). По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси ординат значение оптической плотности, по оси абсцисс — массу NH<sub>3</sub> в мкг.

### 3.5.3. Проведение анализа

15 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. 3.4.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. 10 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют до 80—90 см<sup>3</sup> воды, 4 см<sup>3</sup> реактива Несслера. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика по отношению к раствору сравнения, содержащему 400 мкг NH<sub>3</sub> и приготовленному одновременно с анализируемой пробой.

Массу аммиака находят по градуировочному графику.

### 3.5.4. Обработка результатов

Массовую долю аммиака ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{1000000 \cdot 15 \cdot 10 \cdot m}$$

где  $m_1$  — масса аммиака, найденная по градуировочному графику, мкг;

$m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

### 3.6. Определение массовой доли влаги

Около 5 г продукта взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и сушат в термостате при 60°C, пока разница между последовательными взвешиваниями через 1 ч не будет превышать 0,3%.

Массовую долю влаги ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m},$$

где  $m$  — масса навески, г;

$m_1$  — масса остатка после высушивания, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

### 3.7. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят арсиновым методом по ГОСТ 10485—75. 50 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. 3.4.3, помещают в колбу прибора, прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и далее все — по ГОСТ 10485—75.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая окраска бромнортутной бумаги будет не интенсивнее окраски бромнортутной бумаги образцового раствора, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме 0,001 мг As.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят по ГОСТ 24024.10—81, фотоколориметрическим методом с применением пиридина.

3.5.4—3.7. (Измененная редакция, Изм. № 3).

### 3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов сероводородной группы (Pb)

Определение проводят по ГОСТ 17319—76.

При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 25 см<sup>3</sup> воды. Далее все — по ГОСТ 17319—76.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски образцового раствора, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме 0,1 мг Pb и все реактивы.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов сероводородной группы (Pb) анализ проводят по ГОСТ 24024.7—80.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.9. Определение массовой доли фторидов.

Фотоэлектроколориметрический метод

**3.9.1. Применяемые реактивы, растворы и аппаратура:**

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 25%, разбавленный 1 : 20 и 1 : 1;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, разбавленная 1 : 1;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, разбавленная 2 : 1;

кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, плотностью 1,70 г/см<sup>3</sup>;

арсеназо-1 (уранон), раствор с массовой долей 0,05%;

торий азотнокислый;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, кристаллический;

песок кварцевый по ГОСТ 7031—75;

пористые пластинки фильтров стеклянных по ГОСТ 9775—69;

$\alpha$ -динитрофенол (индикатор), насыщенный водный раствор;

раствор для колориметрирования, готовят следующим образом: 50 см<sup>3</sup> стандартного раствора нитрата тория смешивают с 10 см<sup>3</sup> арсеназо-1. Раствор готовят непосредственно перед прибавлением;

смесь кислот, готовят следующим образом: смешивают 900 см<sup>3</sup> серной кислоты (2 : 1) и 60 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты;

образцовый раствор азотнокислого тория, готовят растворением 1 г азотнокислого тория в 1000 см<sup>3</sup> воды. Титр раствора устанавливают весовым методом, осаждая гидрат окиси тория аммиаком (1 : 1). Далее готовят раствор, содержащий 30 мг тория и 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> в 1000 см<sup>3</sup> раствора. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 30 мкг тория;

образцовый раствор фтористого натрия, готовят растворением 0,2210 г фтористого натрия в 1000 см<sup>3</sup> воды. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 100 мкг фторидов (раствор А).

100 см<sup>3</sup> раствора А разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 10 мкг фторидов (раствор Б);

фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или другого типа;

установка для отгонки фторидов.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

**3.9.2. Построение градуировочного графика**

В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают образцовый раствор Б в количестве, соответствующем содержанию 5, 10, 20, 30, 40, 50 и 60 мкг фторидов.

Прибавляют дистиллированную воду до 40 см<sup>3</sup>, 3 капли  $\alpha$ -динитрофенола, по каплям раствор соляной кислоты (1 : 1) до обесцвечивания раствора, аммиак (1 : 20) до появления желтой окраски и еще 1—2 капли избытка. Затем готовят и прибавляют 6 см<sup>3</sup> раствора для колориметрирования. Объем раствора доводят до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм на фотоэлектроколориметре

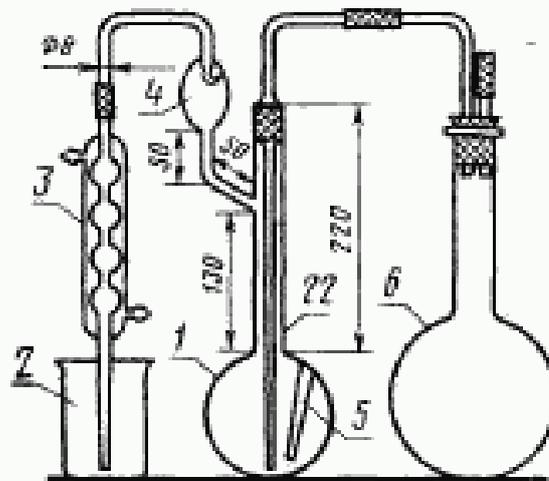
типа ФЭК-Н-57 со светофильтром 6 или на ФЭК-56 со светофильтром 7 ( $\lambda=580$  нм) по отношению к контрольной пробе, приготовленной одновременно с анализируемой пробой и содержащей те же реактивы. Измерение оптической плотности проб проводят в следующем порядке: контрольная — контрольная, контрольная — анализируемая. Окраска колориметрируемых растворов не изменяется в течение нескольких суток.

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси ординат значение оптической плотности, а по оси абсцисс — массу фторидов в микрограммах.

### 3.9.3. Проведение анализа

10 г продукта взвешивают с погрешностью до 0,01 г и переносят в дистилляционную колбу установки для отгонки фторидов (см. чертеж), добавляют 20—30 см<sup>3</sup> воды, 32 см<sup>3</sup> смеси серной и фосфорной кислот, 2—3 кусочка пористого стекла и на кончике шпателя — кварцевый песок. Дистилляционную колбу плотно закрывают стеклянной пришлифованной пробкой-трубкой, соединяющей дистилляционную колбу с парообразователем.

Установка для отгонки фтора



1 — дистилляционная колба вместимостью 200 мл; 2 — приемник дистилята; 3 — шланговый холодильник; 4 — ловушка Кьельдаля; 5 — муфта для термометра; 6 — парообразователь вместимостью 1000 мл.

Парообразователь наполняют водой на  $\frac{3}{4}$  объема и помещают в него несколько кусочков пористого стекла для равномерного кипения.

Приемником служит стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, в который налито 3—5 см<sup>3</sup> воды. Конец холодильника погружают в воду так, чтобы создать гидравлический затвор. Раствор в ди-

дистилляционной колбе нагревают до 120—130°C, после этого ведут отгонку водным паром при  $145 \pm 5^\circ\text{C}$ , пока в приемнике не соберется 200—230 см<sup>3</sup> дистиллята, который затем переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят водой объем раствора до метки и перемешивают.

10 см<sup>3</sup> дистиллята помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют дистиллированную воду до 40 см<sup>3</sup> и далее — по п. 3.9.2.

Массу фторидов находят по градуировочному графику.

#### 3.9.4. Обработка результатов

Массовую долю фторидов ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{10^3 \cdot m \cdot V},$$

где  $m_1$  — масса фторидов, найденная по градуировочному графику, мкг;

$V$  — объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002%.

Потенциометрический метод

#### 3.9.5. Применяемые реактивы, растворы и аппаратура:

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 25%;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78;

раствор буферный рН 5,7—5,9; готовят следующим образом:

растворяют в воде 231 г уксуснокислого аммония и 15 см<sup>3</sup> уксусной кислоты в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят рН раствора до 5,7—5,9, добавляя уксусную кислоту или аммиак. рН приготовленного раствора проверяют электрометрически;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, кристаллический, насыщенный водный раствор;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, кристаллический, высушенный при 120°C в течение 2 ч;

раствор для заполнения фторидного электрода; готовят следующим образом: 2,1 г фтористого натрия и 3,73 г хлористого калия, взвешенных с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде;

растворы образцовые фтористого натрия; готовят следующим образом:

$1 \cdot 10^{-1}$  моль/дм<sup>3</sup> (М) раствор: 4,2 г фтористого натрия, взве-

шенных с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в воде, прибавляют 200 см<sup>3</sup> буферного раствора и объем раствора доводят водой до метки;

1 · 10<sup>-2</sup> моль/дм<sup>3</sup> (М) раствор: 100 см<sup>3</sup> 1 · 10<sup>-1</sup> М раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, прибавляют 180 см<sup>3</sup> буферного раствора и объем раствора доводят водой до метки;

1 · 10<sup>-3</sup>; 1 · 10<sup>-4</sup>; 1 · 10<sup>-5</sup> моль/дм<sup>3</sup> (М) растворы готовят последовательным подобным разбавлением предыдущего раствора;

соль динатриевая этилендиамин-N,N,N', N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 10%-ный раствор;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, индикатор, спиртовой раствор с массовой долей 0,5%;

спирт этиловый по ГОСТ 18300—87;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

pH-метр pH-340 или аналогичного типа с погрешностью измерения не более 0,05 pH;

электрод стеклянный типа ЭСЛ-41ГО4 или ЭСЛ-11ГО4;

электрод фторидный типа ЭФ-VI или любой другой аналогичной конструкции;

электрод хлорсеребряный типа ЭВЛ-1МЗ.

### 3.9.6. Подготовка к анализу

#### 3.9.6.1. Построение градуировочного графика.

Процесс определения фторидного потенциала аналогичен определению pH. Для каждого образцового раствора определяют величину потенциала в милливольтгах (мВ) следующим образом: образцовые растворы объемом 25—30 см<sup>3</sup> помещают в стаканы вместимостью 50 см<sup>3</sup>, фторидный и хлорсеребряный электроды погружают в образцовые растворы и, начиная с низшей концентрации, измеряют величины потенциала для каждого раствора после установления равновесного значения на pH-метре, включенном на измерение в милливольтгах. На основании полученных результатов строят градуировочный график на полулогарифмической бумаге, откладывая по оси ординат величины потенциалов в милливольтгах, а по оси абсцисс — молярную концентрацию фторидов в моль/дм<sup>3</sup> в логарифмическом масштабе. Градуировочный график прямолинеен в области концентраций 1 · 10<sup>-5</sup> — 1 · 10<sup>-1</sup> моль/дм<sup>3</sup>. Градуировочный график проверяют ежедневно.

#### 3.9.7. Проведение анализа

0,5 г диаммонийфосфата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, одну каплю фенолфталеина, по каплям аммиак до исчезающей розовой окраски, 20 см<sup>3</sup> буферного раствора, объем раствора в колбе доводят водой до метки и перемешивают.

25—30 см<sup>3</sup> приготовленного раствора помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, в раствор погружают электроды, рН-метр включают на измерение в милливольты. После установления стрелки прибора измеряют величину потенциала фторидного электрода.

Молярную концентрацию фторидов в растворе находят по градуировочному графику.

#### 3.9.8. Обработка результатов

Массовую долю фторидов ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{c \cdot 19 \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot m},$$

где  $c$  — молярная концентрация фторидов, найденная по градуировочному графику, моль/дм<sup>3</sup>;

19 — эквивалент фтора;

$m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002%.

При разногласиях в оценке массовой доли фторидов анализ проводят фотоэлектроколориметрическим методом.

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Диаммонийфосфат марки Б упаковывают в четырех-, шести-слойные бумажные мешки по ГОСТ 2226—75 любой марки (для марки НМ — с полиэтиленовым мешком-вкладышем) или двойные полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78.

Диаммонийфосфат марки А упаковывают в бумажные мешки по ГОСТ 2226—75 марки ПМ или в мешки других марок с мешком-вкладышем из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354—82.

Бумажные мешки прошивают, полиэтиленовые — заваривают.

Масса нетто мешка не должна быть более 40 кг, барабана — не более 100 кг.

По согласованию с потребителем диаммонийфосфат упаковывают в специализированные мягкие контейнеры или фанерные барабаны по ГОСТ 9338—80.

#### 4.2. Исключен. (Изм. № 2).

4.3. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционного знака «Бойтесь сырости», а также следующих данных, характеризующих продукцию:

наименования и марки продукта;

номера партии и даты изготовления;

обозначения настоящего стандарта;

класса опасности 9, подкласса 9.2 по ГОСТ 19433—77.

Маркировку транспортной тары с продуктом, предназначенным на экспорт, производят в соответствии с заказ-нарядом внешнеторговой организации и по ГОСТ 14192—77.

4.4. (Исключен, Изм. № 3).

4.5. Упакованный диаммонийфосфат транспортируют всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на каждом виде транспорта.

По железным дорогам продукцию, упакованную в мешки, транспортируют повагонными отправками — в крытых вагонах, мелкими отправлениями — в универсальных контейнерах.

Продукт, упакованный в контейнеры, допускается транспортировать открытым подвижным составом.

При укрупнении грузовых мест транспортные пакеты должны соответствовать ГОСТ 21929—76, схемы пакетирования согласовывают в установленном порядке.

4.6. Диаммонийфосфат хранят в крытых неотапливаемых складских помещениях.

## 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения диаммонийфосфата — шесть месяцев со дня изготовления.

Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 4).

Разд. 6. (Исключен, Изм. № 3).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

## ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. П. Шляпнотох, Е. А. Фомин, И. Б. Мойжес, Н. И. Силантьева, П. В. Кузьменко, Ф. Я. Лившиц

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.09.75 № 2438

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 8515—57, ГОСТ 5.2229—74.

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.4.013—85	1а.4
ГОСТ 12.4.028—76	1а.4
ГОСТ 127.4.103—83	1а.4
ГОСТ 2226—75	4.1
ГОСТ 3765—78	3.4.1
ГОСТ 3773—72	3.5.1
ГОСТ 4198—75	3.4.1
ГОСТ 4232—74	3.4.6
ГОСТ 4461—77	3.4.1
ГОСТ 6709—72	3.4.1, 3.5.1
ГОСТ 9336—75	3.4.1
ГОСТ 9338—80	4.1
ГОСТ 10354—82	4.1
ГОСТ 10485—76	3.7
ГОСТ 14192—77	4.3
ГОСТ 17319—76	3.8
ГОСТ 19433—81	4.3
ГОСТ 24024.7—80	3.8
ГОСТ 24024.8—81	3.4.4
ГОСТ 24024.10—81	3.7

## 5. ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1988 г.) с изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в марте 1980 г., августе 1981 г., апреле 1987 г. и сентябре 1987 г. (ИУС 4—80, 10—81, 7—87, 12—87)

## 6. Срок действия продлен до 01.07.92 Постановлением Госстандарта СССР от 15.04.87 № 1236

## Изменение № 5 ГОСТ 8515—75 Диаммонийфосфат. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 25.10.91 № 1652

Дата введения 01.07.92

Вводную часть дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта являются обязательными».

Пункт 1.2, Таблица 1, Примечание исключить.

Раздел 3 изложить в новой редакции:

**3. Методы анализа**

**3.1. Отбор проб**

3.1.1. Точечные пробы от упакованного продукта отбирают шупом, погружая его на 3/4 глубины единицы упаковки.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,1 кг.

3.1.2. Отобранные точечные пробы соединяют, тщательно перемешивают, сокращают квартованием до получения средней пробы массой не менее 0,5 кг. Среднюю пробу помещают в чистую сухую банку и плотно закрывают. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования и назначения продукта, номера пробы, даты отбора пробы.

**3.2. Общие требования**

3.2.1. При проведении анализов и приготовления растворов используют лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, а также лабораторные весы общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—88.

*(Продолжение см. с. 84)*

Допускается применение других весов с аналогичными метрологическими характеристиками.

3.2.2. Для проведения колориметрических измерений оптических плотностей растворов используют фотоэлектрические лабораторные колориметры типа КФК-2, спектрофотометры типа СФ-4А.

Допускается применение других приборов с аналогичными характеристиками.

3.2.3. При выполнении анализов используют лабораторное оборудование: шкаф сушильный электрический круглый типа 2В-151 или другой аналогичный;

универсальный иономер типа ЭВ-74 или другой аналогичный с погрешностью измерения не более 0,05 pH;

электрод фторидный ЭФ-V1 или другой аналогичной конструкции;

электрод стеклянный типа ЭСЛ-4ГО4 или ЭСЛ-11ГО4;

электрод хлорсеребряный типа ЭВЛ-1М3;

мешалка магнитная типа ММ-5 по ТУ 25—11.834—80 или другая аналогичная;

3.2.4. Для проведения анализов используют мерную химическую посуду не ниже 2-го класса точности;

бюретки исполнения 1—3 по ГОСТ 20292—74 вместимостью 25, 50 см<sup>3</sup>;

колбы мерные исполнения 2 по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100, 500, 1000 см<sup>3</sup>;

мензурки по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100, 500, 1000 см<sup>3</sup>;

пипетки исполнения 1—7 по ГОСТ 20292—74 вместимостью 5, 25, 50, 100 см<sup>3</sup>;

цилиндры исполнения 1—3 по ГОСТ 1770—74 вместимостью 10, 25, 100 см<sup>3</sup>;

3.2.5. Для измерения температуры используют термометры с диапазоном действия от 0 до 150 °С по ГОСТ 28498—90.

(Продолжение см. с. 85)

### 3.3. Определение внешнего вида диаммонийфосфата

Внешний вид диаммонийфосфата определяют визуально.

### 3.4. Определение массовой доли оксида фосфора (V)

#### 3.4.1. Сущность метода

Метод основан на фотометрическом определении оксида фосфора (V) в виде фосфориванадиевомолибденового комплексного соединения. Оптическую плотность измеряют относительно раствора сравнения, содержащего известную массу оксида фосфора (V).

#### 3.4.2. Реактивы и растворы:

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3785—78;

аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, х. ч., высушенный при  $(100 \pm 5)$  °С до постоянной массы;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,36 г/см<sup>3</sup> и раствор 1:2.

Молибденово-ванадиевый реактив готовят следующим образом:

50 г молибденовокислого аммония взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака. Навеску растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, нагретой примерно до 50 °С. Раствор охлаждают, разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>, перемешивают и фильтруют;

2,5 г метаванадиевокислого аммония взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску растворяют в 500 см<sup>3</sup> горячей воды, приливают 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup>, раствор охлаждают, разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>, перемешивают и фильтруют.

Смешивают равные объемы растворов азотной кислоты, разбавленной 1:2, метаванадиевокислого аммония и молибденовокислого аммония в указанной последовательности. Если раствор мутный, его фильтруют. Реактив устойчив в течение длительного времени.

Раствор сравнения, 1 см<sup>3</sup> которого соответствует 0,25 мг оксида фосфора (V), готовят следующим образом: 0,4794 г однозамещенного фосфорнокислого калия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, разбавляют до метки водой и перемешивают.

#### 3.4.3. Построение градуировочного графика

Готовят серию образцов для градуировки. Для этого в мерные колбы, вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая, с помощью бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup> вносят 10, 14, 18 . . . , 30 см<sup>3</sup> раствора сравнения, что соответствует 2,5; 3,5; 4,5; . . . ; 7,5 мг P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

В каждую колбу прибавляют приблизительно до 70 см<sup>3</sup> воды и 25 см<sup>3</sup> молибденово-ванадиевого реактива, доводят объем раствора до метки водой, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность образцов относительно раствора сравнения, содержащего 2,5 мг оксида фосфора (V) в 25 см<sup>3</sup> молибденово-ванадиевого реактива.

Измерение проводят в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

При работе на фотоэлектроколориметре измерения проводят при длине волны 440 нм, при работе на спектрофотометре — при 450 нм.

По полученным значениям оптических плотностей строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения массы оксида фосфора (V) в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей. Градуировочный график проверяют ежедневно по трем основным точкам.

#### 3.4.4. Проведение анализа

1 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, разбавляют до метки водой и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют. 5 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой приблизи-

тельно до 70 см<sup>3</sup>, прибавляют 25 см<sup>3</sup> молибденово-ванадиевого реактива, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора, как описано в п. 3.4.3, по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,5 мг P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> и 25 см<sup>3</sup> молибденово-ванадиевого реактива.

Массу оксида фосфора (V) в миллиграммах в аликвотной части раствора находят по градуировочному графику.

#### 3.4.5. Обработка результатов

Массовую долю оксида фосфора (V), (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{1000 \cdot 5 \cdot m}$$

где  $m_1$  — масса оксида фосфора (V) в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

$m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Допускается определять массовую долю оксида фосфора (V) весовым магnezальным методом по ГОСТ 20851.2—75, п. 7, при этом для анализа отбирают 100 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. 3.4.4.

### 3.5. Определение массовой доли аммиака

#### 3.5.1. Формальдегидный метод

##### 3.5.1.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии аммиачного азота с формальдегидом с образованием гексаметиленотрамина и эквивалентной массы ортофосфорной кислоты, которую определяют титриметрическим методом.

##### 3.5.1.2. Реактивы и растворы

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

натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87;

формалин технический по ГОСТ 1625—89, нейтрализованный в присутствии фенолфталеина раствором с (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> до появления слабо-розовой окраски;

фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

##### 3.5.1.3. Проведение анализа

Около 2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют в 50 см<sup>3</sup> формалина, 3—4 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксид натрия до появления розовой окраски раствора.

##### 3.5.1.4. Обработка результатов

Массовую долю аммиака (X<sub>1</sub>) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0,017 \cdot 100}{m}$$

где  $V$  — объем с (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент молярности раствора с (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>;

0,017 — масса аммиака, соответствующая 1 см<sup>3</sup> точно с (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора, г;

$m$  — масса навески, г.

(Продолжение см. с. 87)

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

### 3.5.2. Хлораминный метод

#### 3.5.2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении аммиачного азота хлораминном в присутствии фосфатного буферного раствора. Избыток хлорамина определяют подометрически.

#### 3.5.2.2. Реактивы и растворы

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;  
калий бромистый по ГОСТ 4160—74;  
калий нодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей нодистого калия 20 %, готовят следующим образом: 20 г нодистого калия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака, растворяют в воде, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия и доводят водой до 100 см<sup>3</sup>. Раствор хранят в темной склянке;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75;

калий двухромовокислый (бихромат калия) по ГОСТ 4220—75, х. ч.;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с  $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 6$  моль/дм<sup>3</sup> (6 н. раствор);

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с (HCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;

крахмал растворимый, раствор с массовой долей крахмала 0,5 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

метилловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей метилового оранжевого 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

натрий фосфорнокислый двузамещенный кристаллический по ГОСТ 11773—76;

натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;

натрий серноватистокислый (тисульфат натрия) раствор с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н. раствор). Коэффициент молярности раствора тисульфата натрия устанавливают по бихромату калия следующим образом: около 0,12 г бихромата калия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Три навески помещают в конические колбы с притертыми пробками вместимостью 250 см<sup>3</sup> каждая, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора нодистого калия и 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Колбы быстро закрывают пробками и выдерживают 10 мин в темном месте. После этого разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup> и титруют раствором тисульфата натрия до желто-зеленой окраски, затем прибавляют около 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

Коэффициент молярности (K) раствора тисульфата натрия с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{V \cdot 0,004903}$$

где  $m$  — масса навески бихромата калия, г;

0,004903 — масса бихромата калия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> точно 0  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора, г;

$V$  — объем с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Фосфатный буферный раствор готовят следующим образом:

60 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, 30 г однозамещенного фосфорнокислого калия и 100 г бромистого калия взвешивают, результаты взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака, растворяют в 1000 см<sup>3</sup> воды при перемешивании, фильтруют в темную склянку с притертой пробкой.

(Продолжение см. с. 88)

Хлорамины Г, раствор с  $(\frac{1}{2} \text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{N}(\text{Cl})\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 0,6$  моль/дм<sup>3</sup> (0,6 н. раствор) или хлорамины Б, раствор с  $(\frac{1}{2} \text{C}_6\text{H}_5\text{SO}_2\text{N}(\text{Cl})\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 0,6$  моль/дм<sup>3</sup> (0,6 н. раствор), готовят следующим образом: 85 г хлорамина взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, объем раствора доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют в темную склянку с притертой пробкой.

#### 3.5.2.3. Проведение анализа

25 см<sup>3</sup> раствора, полученного по п. 3.4.4, помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см<sup>3</sup>, нейтрализуют раствором соляной кислоты по метиловому оранжевому до перехода окраски раствора из желтого цвета в розовый, прибавляют 10 см<sup>3</sup> фосфатного раствора и перемешивают. Затем осторожно по стенке колбы пипеткой приливают 5 см<sup>3</sup> раствора хлорамина. Колбу закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают раствор 10—15 мин.

После этого приливают 5 см<sup>3</sup> раствора иодистого калия, быстро прибавляют цилиндром 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, колбу немедленно закрывают пробкой и снова раствор выдерживают 5 мин в темном месте, после чего титруют раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски раствора, затем прибавляют около 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же объемом реактивов, прибавляют в указанной последовательности, но без анализируемого продукта.

#### 3.5.2.4. Обработка результатов

Массовую долю аммиака ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,000567 \cdot K \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 25}$$

где  $V$  — объем с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

0,000567 — масса аммиака, соответствующая 1 см<sup>3</sup> точно с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора, г;

$K$  — коэффициент молярности с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> раствора;

$m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

3.5.3. Допускается определять массовую долю аммиака с применением реактива Несслера.

### 3.6. Определение массовой доли влаги

#### 3.6.1. Проведение анализа

Около 5 г диаммонийфосфата помещают в стаканчик для взвешивания, предварительно высушенный до постоянной массы, навешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску сушат в сушильном шкафу при температуре  $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ , пока разница между последовательными взвешиваниями через 1 ч не будет превышать 0,3 %.

#### 3.6.2. Обработка результатов

Массовую долю ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

(Продолжение см. с. 89)

где  $m_1$  — масса стаканчика с пробкой до высушивания, г;

$m_2$  — масса стаканчика с пробкой после высушивания, г;

$m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

### 3.7. Определение массовой доли мышьяка

#### 3.7.1. Сущность метода

Метод основан на восстановлении мышьяка водородом и отделении его в виде летучего соединения мышьяковистого водорода с последующим взаимодействием его с хлорной ртутью, которой пропитана бумага.

Интенсивность окраски пятна анализируемой пробы визуально сравнивают со шкалой сравнения.

Определение проводят в сернической среде по ГОСТ 10485—75, допускается применение аналогичных приборов для определения мышьяка.

#### 3.7.2. Проведение анализа

2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, доводят до метки водой, перемешивают. В колбу прибора для отгонки мышьяка помещают 5—10 см<sup>3</sup> полученного раствора, доводят до 30 см<sup>3</sup> водой, прибавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> раствора двухлористого олова, 5 г цинка, быстро закрывают колбу пробкой с насадкой, на которую помещен кружок хлорно-ртутной бумаги; осторожно перемешивают содержимое колбы и оставляют на 1,5 ч.

По истечении указанного времени окраску хлорно-ртутной бумажки, полученной от анализируемого раствора, сравнивают с окраской хлорно-ртутных бумажек шкалы.

#### 3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю мышьяка ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000} \cdot$$

где  $m_1$  — масса мышьяка, найденная по шкале сравнения, мг;

$V$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

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

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят по ГОСТ 10485—75 с применением диэтилдитиокарбамата серебра.

### 3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов сероводородной группы (Pb).

#### 3.8.1. Сущность метода

Метод основан на визуальном определении окрашенных сульфидов тяжелых металлов при использовании тиоацетамида, гидролизующегося до сероводорода в щелочной среде.

Определение проводят по ГОСТ 17319—76 тиоацетамидным методом.

#### 3.8.2. Проведение анализа

2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора винно-кислого калия-натрия и далее анализ ведут по ГОСТ 17319—76.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме 0,04 мг свинца и все реактивы.

### 3.9. Определение массовой доли фторидов

### 3.9.1. Сущность метода

Метод основан на прямом потенциометрическом измерении концентрации фтора с использованием фторидселективного электрода в присутствии ацетатного буферного раствора.

### 3.9.2. Реактивы и растворы:

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей аммиака 25 %;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78;

буферный раствор с pH 5,7—5,9, готовят следующим образом: 231 г уксуснокислого аммония растворяют в воде, добавляют 15 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, доводят водой объем раствора до 1000 см<sup>3</sup>, pH буферного раствора проверяют на pH-метре и корректируют добавлением одного из указанных реактивов;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, х. ч., высушенный при (100±5) °С до постоянной массы.

Раствор сравнения с  $(\text{NaF}) = 1 \cdot 10^{-2}$  моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 0,21 г фтористого натрия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, прибавляют 100 см<sup>3</sup> буферного раствора, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Раствор сравнения с  $(\text{NaF}) = 1 \cdot 10^{-3}$  моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 50 см<sup>3</sup> раствора с  $(\text{NaF}) = 1 \cdot 10^{-2}$  моль/дм<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, прибавляют 90 см<sup>3</sup> буферного раствора, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Подобным же последовательным разбавлением готовят растворы сравнения с  $(\text{NaF}) = 1 \cdot 10^{-4}$  моль/дм<sup>3</sup> и с  $(\text{NaF}) = 1 \cdot 10^{-5}$  моль/дм<sup>3</sup>.

Раствор сравнения с  $(\text{NaF}) = 5 \cdot 10^{-5}$  моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 25 см<sup>3</sup> раствора с  $(\text{NaF}) = 1 \cdot 10^{-3}$  моль/дм<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, прибавляют 95 см<sup>3</sup> буферного раствора, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Растворы сравнения хранят в полиэтиленовой посуде;

соль динатриевая этилендиамина — N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой долей трилона Б 10 %;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87;

фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919,1—77.

### 3.9.3. Построение градуировочного графика

Прибор включают и настраивают согласно инструкции, прилагаемой к прибору-предприятием-изготовителем. Процесс определения фторидного потенциала аналогичен определению pH. Фторидный электрод ставят на место стеклянного, нажимают кнопку «mV» и кнопку диапазона измерений «-1÷4». 25—30 см<sup>3</sup> раствора сравнения с  $(\text{NaF}) = 1 \cdot 10^{-5}$  моль/дм<sup>3</sup> помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, ставят на магнитную мешалку, фторидный и хлорсеребряный электроды погружают в раствор, прогревают прибор в течение 30 мин, затем включают магнитную мешалку и измеряют значение потенциала в милливольты. Электроды извлекают из раствора, промывают водой, сушат фильтровальной бумагой и измеряют последовательно потенциалы растворов сравнения с  $(\text{NaF}) = 5 \cdot 10^{-5}$  моль/дм<sup>3</sup>, с  $(\text{NaF}) = 1 \cdot 10^{-4}$  моль/дм<sup>3</sup> и с  $(\text{NaF}) = 1 \cdot 10^{-3}$  моль/дм<sup>3</sup>. Показания прибора записывают после установления равновесного потенциала через 3—5 мин.

По полученным результатам строят градуировочный график на полупрологарифмической бумаге, откладывая по оси ординат значения потенциалов в милливольты, а по оси абсцисс — значения концентрации фтора, моль/дм<sup>3</sup>, в логарифмическом масштабе. Градуировочный график проверяют ежедневно. После измерения потенциала растворов сравнения электроды промывают водой, сушат фильтровальной бумагой и снова погружают в раствор сравнения с  $(\text{NaF}) = 1 \cdot 10^{-5}$  моль/дм<sup>3</sup> и, когда равновесный потенциал этого раствора срав-

(Продолжение см. с. 94)

нения достигнет значения, ранее измеренного при построении градуировочного графика, приступают к измерению потенциала анализируемых растворов.

#### 3.9.4. Проведение анализа

2 г диаммонийфосфата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, навеску помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 1—2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором аммиака до устойчивой розовой окраски раствора. Через 2—3 мин прибавляют 20 см<sup>3</sup> буферного раствора, доводят до метки водой и перемешивают раствор.

25—30 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, в раствор погружают электроды, включают магнитную мешалку и через 3—5 мин измеряют потенциал в милливольтках.

Молярную концентрацию фторидов в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

#### 3.9.5. Обработка результатов

Массовую долю фторидов ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{c \cdot 19 \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot m} \cdot$$

(Продолжение см. с. 92)

*(Продолжение изменения к ГОСТ 8515—75)*

где  $c$  — молярная концентрация фторидов, найденная по градуировочному графику, моль/дм<sup>3</sup>;

$19$  — атомная масса фтора;

$m$  — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Пункт 4.1. Заменить ссылки: ГОСТ 2226—75 на ГОСТ 2226—88.

Пункт 4.3. Первый абзац. Заменить слова: «Бонтея сырости» на «Беречь от влаги»;

пятый абзац исключить.

Пункт 4.5. Последний абзац изложить в новой редакции: «При укрупнении грузовых мест пакетирование упаковочной продукции проводят в соответствии с ГОСТ 24597—81 и ГОСТ 26663—85».

(ИЭС № 1 1992 г.)