# ГОСТ 841-76 Реактивы. Кислота метафосфорная. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ 841-76

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КИСЛОТА МЕТАФОСФОРНАЯ

Технические условия

Reagents. Metaphosphoric acid. Specifications

ОКП 26 1213 0030 09

Дата введения 1977-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В.Грязнов, В.Г.Брудзь, И.Л.Ротенберг, В.Н.Смородинская, Л.В.Кидиярова, К.П.Лесина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.01.76 N 229

3. Срок проверки - 1996 г. Периодичность проверки - 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 841-64

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
| ГОСТ 1770-74 | 3.2.1; 3.3.1; 3.10.1 |
| ГОСТ 3118-77 | 3.3.1 |
| ГОСТ 3885-73 | 2.1; 3.1; 4.1 |
| ГОСТ 4328-77 | 3.2.1; 3.3.1 |
| ГОСТ 4461-77 | 3.3.1 |
| ГОСТ 4517-87 | 3.3.1 |
| ГОСТ 4919.1-77 | 3.3.1 |
| ГОСТ 4919.2-77 | 3.2.1 |
| ГОСТ 6709-72 | 3.2.1; 3.10.1 |
| ГОСТ 10485-75 | 3.9 |
| ГОСТ 10555-75 | 3.7 |
| ГОСТ 10671.2-74 | 3.5 |
| ГОСТ 10671.5-74 | 3.4 |
| ГОСТ 10671.7-74 | 3.6 |
| ГОСТ 17319-76 | 3.8 |
| ГОСТ 18300-87 | 3.2.1; 3.3.1; 3.4 |
| ГОСТ 20490-75 | 3.10.1 |
| ГОСТ 25336-82 | 3.2.1; 3.3.1; 3.10.1 |
| ГОСТ 25794.1-83 | 3.2.1; 3.3.1 |
| ГОСТ 25794.2-83 | 3.10.1 |
| ГОСТ 27025-86 | 3.1а |
| ГОСТ 29227-91 | 3.2.1; 3.3.1; 3.10.1 |
| ГОСТ 29251-91 | 3.2.1; 3.3.1 |
| ТУ 6-09-07-1579-87 | 3.2.1; 3.3.1 |
| ТУ 6-09-3736-79 | 3.2.1 |
| ТУ 6-09-5169-84 | 3.3.1 |
| ТУ 6-09-5360-87 | 3.3.1 |

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 17.05.91 N 706

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1993 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в марте 1986 г., мае 1991 г. (ИУС 6-86, 8-91)

Настоящий стандарт распространяется на метафосфорную кислоту, которая представляет собой бесцветные прозрачные пластинки или палочки, расплывающиеся на воздухе, и со временем становятся матовыми; растворима в воде. Препарат состоит из смеси метафосфорной кислоты и ее натриевой соли (стабилизатор).

Формула HPO.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) - 79,98.

Требования настоящего стандарта, кроме требований к массовой доле мышьяка, являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По химическим показателям метафосфорная кислота должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Наименование показателя | Норма |
|  | Чистый (ч.)ОКП 36 1213 0031 08 |
| 1. Массовая доля метафосфорной кислоты (HPO), %, не менее | 60 |
| 2. Массовая доля натриевой соли метафосфорной кислоты (NaPO), %, не более | 40 |
| 3. Массовая доля сульфатов (SO), %, не более | 0,001 |
| 4. Массовая доля нитратов (NO), %, не более | 0,0005 |
| 5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более | 0,001 |
| 6. Массовая доля железа (Fe), %, не более | 0,002 |
| 7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более | 0,0005 |
| 8. Массовая доля мышьяка (As), %, не более | 0,0002 |
| 9. Вещества, восстанавливающие марганцово-кислый калий | Должен выдерживатьиспытание по п.3.10 |

(Измененная редакция, Изм. N 1).

## 2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Метафосфорная кислота вызывает раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, а также соблюдать правила личной гигиены.

2а.1; 2а.2. (Введены дополнительно, Изм. N 1).

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

2.2. Массовую долю мышьяка по подпункту 8 таблицы определяют только по требованию потребителей.

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

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

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73. Масса средней пробы должна быть не менее 265 г.

3.1а; 3.1. (Измененная редакция, Изм. N 2).

3.2. Определение массовой доли метафосфорной кислоты

3.2.1. Реактивы, растворы, аппаратура и посуда:

бромкрезоловый зеленый (индикатор) по ТУ 6-09-07-1579-87, раствор с массовой долей 0,2%; готовят следующим образом: 0,200 г бромкрезолового зеленого растворяют в смеси, состоящей из 6 см раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм и 5 см спирта. Объем раствора доводят водой до 100 см и перемешивают;

буферная смесь с рН 4,6; готовят следующим образом: в коническую колбу помещают 100 см фосфатно-цитратного буферного раствора и прибавляют 0,5 см раствора бромкрезолового зеленого. Для предохранения от развития бактерий буферную смесь стерилизуют нагреванием до 60-70 °С, прибавляют 0,01 г тимола и перемешивают. Раствор хранят в колбе, закрытой резиновой пробкой, в темном месте;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, растворы концентраций (NaOH)=0,1 моль/дм (0,1 н.) и 0,2 моль/дм (0,2 н.); готовят по ГОСТ 25794.1-83;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87, высшего сорта;

тимол по ТУ 6-09-3736-79, ч.;

фосфатно-цитратный буферный раствор с рН 4,6; готовят по ГОСТ 4919.2-77;

бюретка 1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251-91;

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

пипетки 4(5)-2-1(2) и 6(7)-2-5(10) по ГОСТ 29227-91;

цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770-

74.

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,5000 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 70 см воды, нагревают до кипения и кипятят 20-30 мин, доливая в процессе кипячения воду до первоначального объема. К охлажденному раствору прибавляют 0,5 см раствора бромкрезолового зеленого и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,2 моль/дм до перехода окраски анализируемого раствора от желтой к зеленой и далее - в зелено-голубую, совпадающую с окраской буферной смеси, применяемой для сравнения.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю метафосфорной кислоты () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм, израсходованный на титрование, см;

 - масса навески препарата, г;

0,01599 - масса метафосфорной кислоты, соответствующая 1 см раствора гидроокиси натрия, концентрации точно 0,2 моль/дм, г.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,6% при доверительной вероятности =0,95

.

3.2.1-3.2.3. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.3. Определение массовой доли натриевой соли метафосфорной кислоты

3.3.1. Реактивы, растворы, аппаратура и посуда:

бромкрезоловый зеленый (индикатор) по ТУ 6-09-07-1579-87, раствор с массовой долей 0,2%; готовят по п.3.2.1;

смесь буферная с рН 4,6; готовят по п.3.2.1;

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

2,4-динитрофенол (-динитрофенол), раствор с массовой долей 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1-77;

кислота азотная по ГОСТ 4461-77;

кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор концентрации (НСl)=1 моль/дм (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1-83;

метиловый красный (индикатор) по ТУ 6-09-5169-84;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор с массовой долей 30% и раствор концентрации (NaOH) - 0,2 моль/дм (0,2 н.); готовят по ГОСТ 25794.1-83;

индикатор смешанный, спиртовой раствор; готовят следующим образом: 0,100 г метилового красного и 0,600 г фенолфталеина помещают в коническую колбу и растворяют в 100 смспирта;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87, высшего сорта;

фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6-09-5360-87;

бюретка 1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251-91;

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

колба 2-250-2 по ГОСТ 1770-74;

пипетки 2(3)-2-25 и 6(7)-2-10 по ГОСТ 29227-91;

стакан Н-1-400 ТХС по ГОСТ 25336-82;

цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770-74.

3.3.2. Проведение анализа

Около 3,0000 г препарата помещают в стакан, прибавляют 125 см воды и 10 см азотной кислоты. Раствор нагревают до кипения и кипятят 30 мин, доливая его в процессе кипячения водой до первоначального объема. После охлаждения к раствору прибавляют 1 см раствора 2,4-динитрофенола и раствор гидроокиси натрия с массовой долей 30% до появления слабо-желтой окраски и снова охлаждают. К охлажденному раствору прибавляют раствор соляной кислоты до исчезновения окраски, а затем еще 1-2 см кислоты. Содержимое стакана переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

В две конические колбы помещают пипеткой вместимостью 25 см по 25 смприготовленного раствора, добавляют по 50 см воды в каждую колбу и перемешивают.

Раствор в одной колбе титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,2 моль/дм в присутствии 0,2 см раствора бромкрезолового зеленого до окраски, совпадающей с окраской буферной смеси.

Раствор во второй колбе титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,2 моль/дм в присутствии смешанного индикатора до перехода малиновой окраски раствора через желтую и оранжевую - в крас

ную.

3.3.3. Обработка результатов

Массовую долю натриевой соли метафосфорной кислоты () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм, израсходованный на титрование при определении массовой доли метафосфорной кислоты по п.3.2.3, см;

 - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм, израсходованный на титрование со смешанным индикатором, см;

 - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм, израсходованный на титрование с индикатором бромкрезоловым зеленым, см;

 - масса навески препарата при определении массовой доли метафосфорной кислоты по п.3.2.3, г;

 - масса навески препарата, г;

0,02039 - масса натриевой соли метафосфорной кислоты, соответствующая 1 см раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,2 моль/дм, г.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,7% при доверительной вероятности

=0,95.

3.4. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5-74 визуально-нефелометрическим методом (способ 1). При этом 50,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 400 см и растворяют при нагревании в 200 см воды. Раствор кипятят в течение 2 ч, доливая его в процессе кипячения водой до первоначального объема. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают - раствор А.

Раствор А сохраняют для определения нитратов по п.3.5, хлоридов по п.3.6, железа по п.3.7, тяжелых металлов по п.3.8, мышьяка по п.3.9.

10 см раствора А (соответствуют 2,00 г препарата) отбирают пипеткой, фильтруют, если он мутный, через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно трижды промытый горячей водой, помещают в стакан или коническую колбу и доводят объем раствора водой до 26 см. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.5-74 без добавления раствора соляной кислоты, применяя спиртовой раствор хлористого бария вместо водного. Раствор хлористого бария готовят следующим образом: 5,00 г хлористого бария растворяют в смеси, состоящей из 66,5 см воды и 28,5 см этилового спирта высшего сорта (ГОСТ 18300-87).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, содержащего в таком же объеме: 0,02 мг SO, 1 см раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, 3 см раствора крахмала и 3 см спиртового раствора хлористого б

ария.

3.3.1-3.3.3; 3.4. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.5. Определение массовой доли нитратов проводят по ГОСТ 10671.2-74 с применением индигокармина. При этом 10 см раствора А (соответствуют 2 г препарата), приготовленного по п.3.4, помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 50-100 см и далее определение проводят по ГОСТ 10671.2-74.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет слабее окраски раствора, содержащего в таком же объеме: 0,01 мг NO, 1 см раствора хлористого натрия, 1 см раствора индигокармина и 12 см концентрированной серной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7-74 визуально-нефелометрическим (способ 2) методом. При этом 20 см раствора А (соответствуют 4 г препарата), приготовленного по п.3.4, отбирают пипеткой, фильтруют, если он мутный, через обеззоленный фильтр "синяя лента", предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см, доводят объем раствора водой до 30 см и далее определение проводят до ГОСТ 10671.7-74 без добавления раствора азотной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, содержащего в таком же объеме 0,040 мг CI, 2 см раствора азотной кислоты и 1 см раствора азотно-кислого серебра.

3.7. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555-75 сульфосалициловым методом. При этом 2 см раствора А (соответствуют 0,4 г препарата), приготовленного по п.3.4, помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см, доводят объем раствора водой до 21 см и далее определение проводят по ГОСТ 10555-75 без добавления раствора соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать 0,008 мг.

Допускается проводить определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят фотометрически.

3.6; 3.7. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.8. Определение тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319-76 сероводородным методом. При этом 10 см раствора А (соответствуют 2 г препарата), приготовленного по п.3.4, помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 100 см (с притертой или резиновой пробкой), нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10% по универсальной индикаторной бумаге до рН 7 и доводят объем раствора водой до 30 см. Далее определение проводят по ГОСТ 17319-76.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, содержащего в таком же объеме; 0,01 мг Pb, 1 см уксусной кислоты, 1 см раствора уксусно-кислого аммония и 10 см сероводородной воды.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.9. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485-75 визуальным методом с применением бромно-ртутной бумаги в серно-кислой среде. При этом 10 см раствора А (соответствуют 2 г препарата), приготовленного по п.3.4, помещают пипеткой в колбу прибора для определения мышьяка и прибавляют 20 см воды. Далее определение проводят по ГОСТ 10485-75.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумаги от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: 0,004 мг As, 20 см раствора серной кислоты, 0,5 смраствора двухлористого олова и 5 г цинка.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.10. Испытание на вещества, восстанавливающие марганцово-кислый калий

3.10.1. Реактивы, растворы, аппаратура:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, перегнанная в присутствии марганцово-кислого калия;

калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490-75, раствор концентрации ( KMnO)=0,01 моль/дм (0,01 н.) готовят по ГОСТ 25794.2-83, свежеприготовленный;

колба Кн-2-100-22 ТХС или Кн-1-100-14/23 ТХС по ГОСТ 25336-82;

пипетки 6(7)-2-25 и 4(5)-2-1(2) или 1-2-1 по ГОСТ 29227-91;

цилиндр 1(3)-25(50) по ГОСТ 1770-74.

3.10.2. Проведение анализа

10,00 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 20 см воды при нагревании. Затем прибавляют 1 см раствора марганцово-кислого калия, нагревают раствор до кипения и выдерживают на водяной бане 10 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая розовая окраска анализируемого раствора не будет исчезать в течение 5 мин.

3.10.1; 3.10.2. (Измененная редакция, Изм. N 2).

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Виды и типы тары: 2-1, 2-4, 2-9.

Группы фасовки: V и VI.

(Измененная редакция, Изм. N 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 метафосфорной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения - 1 год со дня изготовления.

5. (Измененная редакция, Изм. N 1).

6. (Исключен, Изм. N 1).