М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НИФТР и СТ ЦСМ при МЭиФ КР
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

РЕАКТИВЫ

КАЛЬЦИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ ДВУЗАМЕЩЕННЫЙ 2-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 2—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 546.41′185—41:006.354 Группа Л51

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Реактивы

КАЛЬЦИЙ ФОСФОРНОКИСЛЫЙ ДВУЗАМЕЩЕННЫЙ 2-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 3204—76

Reagents. 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: $CaHPO_4 \cdot 2H_2O$.

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 ($CaHPO_4 \cdot 2H_2O$), %	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 см^3, прибавляют 60 см^3 воды, 0,5 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и нагревают до полного растворения препарата. Раствор охлаждают, прибавляют 35 см^3 раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм^3, около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т, 10 см^3 буферного раствора 1 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 см^3 раствора трилона Б концентрации точно 0,05 моль/дм^3 (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 ±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 см^3 раствора соляной кислоты и 200 см^3 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 см^3 горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, 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 ±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 ±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 см^3, прибавляют 1,5 см^3 раствора соляной кислоты и перемешивают до растворения препарата. К раствору прибавляют 24,5 см^3 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 см^3 для фототурбидиметрического метода (способ 2) или в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 40 см^3) для визуально-нефелометрического (способ 2) метода, растворяют в смеси, состоящей из 29 см^3 воды и 10 см^3 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 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %.

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