# натрия триполифосфат

# ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

E

## МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

#### НАТРИЯ ТРИПОЛИФОСФАТ

#### Технические условия

ΓΟCT 13493-86

Sodium tripolyphosphate. Specifications

OKII 21 4831

Дата введения 01.01.87

Настоящий стандарт распространяется на порошкообразный триполифосфат натрия, являющийся продуктом переработки термической ортофосфорной кислоты.

Настоящий стандарт устанавливает требования к порошкообразному триполифосфату натрия, изготовляемому для нужд народного хозяйства и экспорта.

Триполифосфат натрия является малогигроскопичным продуктом и предназначается для приготовления моющих средств, обработки воды, используемой для питания котлов, в мясной и молочной промышленности, розничной торговли и других целей.

Требования пунктов 11 и 12 таблицы являются рекомендуемыми, другие требования настоящего стандарта являются обязательными.

Формула: Na<sub>5</sub>P<sub>3</sub>O<sub>10</sub>.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 367.86.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- Триполифосфат натрия должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.
  - Триполифосфат натрия выпускают технический и пищевой.
- По физико-химическим показателям триполифосфат натрия должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

|   | Норма для марки                    |                                    |                                    |
|---|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| Наименование показателя   | пищевой<br>ОКП<br>21 4831 0400     | Технический ОКП 21 4831 0100       |                                    |
|   |                                    | высщий сорт<br>ОКП<br>21 4831 0120 | первый сорт<br>ОКП<br>21 4831 0130 |
| 1. Внешний вид  | Рассыпающийся порошок белого цвета |                                    |                                    |
| <ol> <li>Массовая доля общей пятиокиси фосфора (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), %, не менее</li> </ol> | 57,0                               | 57,0                               | 56,5                               |
| 3. Массовая доля триполифосфата натрия ( $Na_5P_3O_{10}$ ), %, не менее                             | 94                                 | 94                                 | 92                                 |
| 4. Массовая доля первой формы триполифосфата натрия, %, не более                                    | 10                                 | 10                                 | 10                                 |
| 5. Массовая доля железа (Fe), %, не более   | 0,01                               | 0,01                               | 0,02                               |

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

E

© Издательство стандартов, 1986 © ИПК Издательство стандартов, 1999 Переиздание с Изменениями

|  | Норма для марки                |                                    |                                    |
|--|--------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| Наименование показателя  | пищевой<br>ОКП<br>21 4831 0400 | Технический ОКП 21 4831 0100       |                                    |
| THE STATE OF THE S |                                | высший сорт<br>ОКП<br>21 4831 0120 | первый сорт<br>ОКП<br>21 4831 0130 |
| <ol> <li>Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более</li> <li>рН 1 %-ного водного раствора</li> </ol>  | 0,10<br>9,7±0,3                | 0,10<br>9,7±0,3                    | 0,13<br>9,7±0,3                    |
| <ol> <li>Массовая доля тяжелых металлов, осаждаемых сероводородом (Рb), %, не более</li> <li>Массовая доля мышьяка (As), %, не более</li> <li>Гранулометрический состав, %</li> </ol>  | 0,002<br>0,004                 | Не нормируется<br>То же            |                                    |
| проходит через сито по ГОСТ 6613 с размерами стороны ячейки в свету 0,25 мм,%, не менее  | 97                             | 97                                 | 97                                 |
| <ol> <li>Степень белизны, %, не менее</li> <li>Сыпучесть, %, не менее</li> </ol>   | 80<br>30                       | 80<br>30                           | 80<br>30                           |

Примечания:

- 1. Технический триполифосфат натрия первого сорта, предназначенный для горнорудной промышленности, допускается изготовлять с массовой долей общей пятиокиси фосфора ( $P_2O_5$ ) не менее 53,5 % и мышьяка не более 0.01 %.
- Показатели «сыпучесть» и «степень белизны» не нормируются. Определение обязательно для набора статистических данных.
  - 3. Показатели «массовая доля железа» и «массовая доля нерастворимых в воде веществ» гарантируются.

## (Измененная редакция, Изм. № 3).

#### 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- Триполифосфат натрия не токсичен, пожаро- и взрывобезопасен.
- Вдыхание пыли триполифосфата натрия может вызвать раздражение слизистых оболочек и дыхательных путей.
- Производственные помещения, в которых проводят работы с триполифосфатом натрия, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.
- 2.4. Все работы с триполифосфатом натрия проводят в специальной одежде по ГОСТ 12.4.103, а также в индивидуальных средствах защиты органов дыхания (фильтрующие респираторы по ГОСТ 12.4.041), глаз (защитные очки по ГОСТ 12.4.013\*) и кожных покровов.

#### 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Триполифосфат натрия принимают партиями. Партией считают количество продукта, однородного по своим качественным показателям, сопровождаемого одним документом о качестве. Масса партии должна быть не более 70 т.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта, марку, сорт;

номер партии и дату изготовления;

массу брутто и нетто;

результаты проведенных анализов или подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта.

3.2. Для контроля качества триполифосфата натрия пробы отбирают от каждого пятого контейнера или каждого вагона-цистерны от 1 % упаковочных единиц и 3 % единиц транспортной тары для розничной торговли, но не менее чем от трех единиц при малых партиях.

Для контроля качества триполифосфата натрия у изготовителя делают выборку из трубопровода пневмотранспорта при наполнении расходного бункера в количестве не менее 1 кг от 5 т продукта.

На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.013—97.

У потребителя пробы отбирают от 3 % упаковочных единиц, но не менее трех упаковочных единиц при малых партиях.

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

## 4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб

4.1.1. Пробы продукта отбирают по ГОСТ 21560.0.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,2 кг.

4.1.2. Отобранные пробы соединяют, тщательно перемешивают и сокращают квартованием до получения объединенной пробы массой не менее 0,5 кг.

Объединенную пробу помещают в чистую сухую банку и плотно закрывают. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования и назначения продукта, номера пробы, даты отбора пробы.

4.1.1, 4.1.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Общие требования

4.2.1. При проведении анализов и приготовлении 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.

Допускается применение других весов с аналогичными метрологическими характеристиками.

4.2.2. Для проведения колориметрических измерений оптических плотностей растворов в диапазоне длин волн 300—1000 нм используют фотоэлектрические лабораторные колориметры типа КФК-2 по НТД, спектрофотометры типа СФ-4А. Допускается применение других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

- 4.2.3. Для проведения потенциометрических измерений используют лабораторные рН-метры с погрешностью измерения не более 0,05 рН.
  - 4.2.4. При выполнении анализов используют лабораторное оборудование:

набор сит поГОСТ 6613;

секундомер механический типа СОпр-2а-3 или другого типа;

шкаф сушильный электрический круглый типа 2В-151 или другого типа;

баню водяную лабораторную типа БВ-6;

плитку электрическую закрытого типа.

#### (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2.5. Для проведения анализов используют мерную химическую посуду не ниже 2-го класса точности:

бюретки исполнений 1-5 вместимостью 10, 25, 50 см<sup>3</sup>;

колбы мерные исполнений 1, 2 по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100, 250, 500, 1000, 2000 см<sup>3</sup>; мензурки по ГОСТ 1770;

пипетки исполнений 1—7 по ГОСТ 1770 вместимостью 1, 2, 5, 10, 20, 25 и 50 см<sup>3</sup>;

цилиндры исполнений 1, 3 по ГОСТ 1770 вместимостью 25, 50, 100, 500, 1000 см<sup>3</sup>. Кроме того, используют лабораторные стеклянные посуду и оборудование:

воронки типа В по ГОСТ 25336;

воронки для фильтрования тип ВФ исполнения 1 ПОР 100 по ГОСТ 25336;

колбы конические типа КН исполнения 2 по ГОСТ 25336 вместимостью 100, 250, 500, 1000,  $2000 \text{ cm}^3$ ;

колбы с тубусом (для фильтрования под вакуумом) типа 1—1000 или 1—2000 по ГОСТ 25336; склянки для промывания газов типа СН 1—200 по ГОСТ 25336 или аналогичные;

стаканчики для взвещивания типа СВ по ГОСТ 25336;

стаканы типа H или B по ГОСТ 25336 вместимостью 50, 100, 150, 250, 400, 600, 1000, 2000 см $^3$ ; тигли фильтрующие типа ТФ-32-ПОР16 XC или ТФ-40-ПОР16 XC по ГОСТ 25336;

холодильники типа ХМ-1-100-14/23 по ГОСТ 25336;

эксикаторы 2-230 по ГОСТ 25336;

посуда фарфоровая, тигли, чашки выпарные по ГОСТ 9147; насос водоструйный по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2.6. Для измерения температуры от 0 до 50 °С используют термометры с ценой деления 0,1 и 1 °С, для измерения температуры от 0 до 250 °С по ГОСТ 28498.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

- 4.2.7. При определении нормируемых показателей допускается применять другие методы, обеспечивающие достаточную точность, экспрессность анализа. При разногласиях анализ проводят методами, указанными в настоящем стандарте.
  - 4.3. Определение внешнего вида триполифосфата натрия

Внешний вид триполифосфата натрия определяют визуально.

- 4.4. Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора
- 4.4.1. Потенциометрический метод
- 4.4.1.1. Сущность метода

Метод основан на потенциометрическом титровании от рН 4,4 до 9,0 мононатрийфосфата, полученного после гидролиза триполифосфата натрия в среде соляной кислоты.

4.4.1.2. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и раствор c (HCl) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup>. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей гидроокиси натрия 10 % и раствор c (NaOH) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup> (0,5 н. раствор), свободный от карбонатов, приготовленный по ГОСТ 4517.

Метиловый оранжевый (индикатор), водный раствор с массовой долей метилового оранжевого 0,1 %.

4.4.1.1, 4.4.1.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.1.3. Подготовка к анализу

Для подготовки к испытанию проводят проверку измерительной цепи pH-метра со стеклянным электродом в соответствии с прилагаемой к прибору инструкцией с применением буферных растворов.

4.4.1.4. Проведение анализа

2 г триполифосфата натрия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в стакан вместимостью 400 см³, прибавляют  $100 \text{ см}^3$  воды,  $5 \text{ см}^3$  соляной кислоты, накрывают стакан фарфоровой чашкой и кипятят раствор в течение 30 мин. Затем прибавляют  $1-2 \text{ капли метилового оранжевого и, помешивая стеклянной палочкой, прибавляют по каплям <math>10 \%$ -ный раствор гидроокиси натрия до перехода розовой окраски раствора в оранжевую. Обмывают палочку водой, раствор кипятят 5 мин, охлаждают и доводят объем раствора водой приблизительно до  $200 \text{ см}^3$ . После этого стакан ставят на магнитную мешалку, помещают электроды pH-метра и при постоянном помешивании доводят pH раствора точно до  $4,4 \text{ раствором } c \text{ (NaOH)} = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ . Затем титруют мононатрий фосфат от pH  $4,4 \text{ до } 9,0 \text{ раствором } c \text{ (NaOH)} = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ .

4.4.1.5. Обработка результатов

Массовую долю общей пятиокиси фосфора  $(P_2O_5)$  (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,0355 \, \cdot 100}{m} \, ,$$

- где V- объем точно c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ раствора, израсходованный на титрование пробы от pH 4,4 до 9,0 см³;
- 0,0355 масса пятиокиси фосфора, соответствующая 1 см<sup>3</sup> точно c (NaOH) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора, r;

т — 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.

4.4.1.4, 4.4.1.5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 4.4.2. Фотоколориметрический метод

## 4.4.2.1. Сущность метода

Метод основан на гидролизе пробы триполифосфата натрия и фотометрическом определении общего содержания фосфатов в виде фосфорнованадиевомолибденового комплексного соединения. Оптическую плотность измеряют относительно раствора сравнения, содержащего известное количество пятиокиси фосфора.

4.4.2.2. Реактивы и растворы

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,36 г/см3 и раствор 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х.ч., высушенный при (100±5) °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Молибденовованадиевый реактив готовят следующим образом:

50 г молибденовокислого аммония взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака. Навеску растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, нагретой до 50—60 °C, охлаждают и фильтруют — раствор А;

1,5 г ванадиевокислого аммония взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску растворяют в 250 см<sup>3</sup> воды, нагретой до 50-60 °C (если раствор желтеет, добавляют несколько капель аммиака), раствор фильтруют, охлаждают и прибавляют 250 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1:3) — раствор Б.

Раствор А вливают, перемешивая, в раствор Б, после чего добавляют в раствор 350 см<sup>3</sup> азотной кислоты плотностью 1,36 г/см<sup>3</sup> и перемешивают. Реактив устойчив в течение длительного времени.

Раствор сравнения, 1 см<sup>3</sup> которого соответствует 0,25 мг пятиокиси фосфора, готовят следующим образом: 0,4790 г однозамещенного фосфорнокислого калия взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, объем раствора доводят до метки водой и перемешивают.

4.4.2.3. Построение градуировочного графика

Готовят серию образцов для градуировки. Для этого в мерные колбы вместимостью  $100 \text{ см}^3$  каждая с помощью бюретки вносят 20, 24, 28, 32, 36,  $40 \text{ см}^3$  раствора сравнения, что соответствует 5, 6, 7, 8, 9,  $10 \text{ мг P}_2O_5$ .

В каждую колбу прибавляют приблизительно до 70 см<sup>3</sup> воды и 25 см<sup>3</sup> молибденовованадневого реактива, доводят объем растворов до метки водой, перемешивают и через 20—30 мин измеряют оптическую плотность образцов относительно раствора сравнения, содержащего 5 мг пятиокиси фосфора и 25 см<sup>3</sup> молибденовованадиевого реактива.

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

При работе на фотоэлектроколориметре типа КФК-2 измерения проводят при длине волны 440 нм, при работе на спектрофотометре — при длине волны 450 нм.

По полученным значениям оптических плотностей строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисе содержащиеся в образцах для градуировки массы пятиокиси фосфора в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Градуировочный график проверяют ежедневно по трем основным точкам.

4.4.2.4. Проведение анализа

0,3 г триполифосфата натрия взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в стакаи вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 100 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты.

Раствор кипятят в течение 30 мин, охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют. 10 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют примерно до 70 см<sup>3</sup> воды и 25 см<sup>3</sup> молибденовованадиевого реактива. Затем доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и через 20—30 мин измеряют оптическую плотность раствора так, как описано в п. 4.4.2.3, по отношению к раствору сравнения, приготовленному одновременно с анализируемой пробой.

Массу пятиокиси фосфора в миллиграммах в аликвотной части раствора находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.2.5. Обработка результатов

Массовую долю общей пятиокиси фосфора  $(P_2O_5)(X^1)$  в процентах вычисляют по формуле

$$X^{\perp} = \frac{m_{\perp} \cdot 250 + 100}{1000 + 10 + m}$$

где m<sub>1</sub> — масса пятиокиси фосфора в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

т — 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.

При разногласиях в оценке массовой доли пятиокиси фосфора анализ проводят по ГОСТ 24024.8.

4.5. Определение массовой доли триполифосфата натрия

4.5.1. Сущность метода

Метод основан на весовом определении триполифосфата натрия с применением для его осаждения хлористого триэтилендиаминкобальта.

4.5.2. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и раствор c (HCl) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup> (0,5 н. раствор).

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525.

Этилендиамин, основание, раствор с массовой долей этилендиамина 70 %.

Триэтилендиаминкобальт хлористый [Co (NH<sub>2</sub>—CH<sub>2</sub>—CH<sub>2</sub>—NH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>]-Cl<sub>3</sub>-3H<sub>2</sub>O готовят следующим образом: 261,0 г этилендиамина взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака, навеску помещают в стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в смеси, состоящей из 85 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и 535 см<sup>3</sup> воды.

В колбе вместимостью 2000 см<sup>3</sup> растворяют 250 г хлористого кобальта в 750 см<sup>3</sup> воды, вливают, энергично перемешивая, в раствор хлористого кобальта раствор этилендиамина. Через газораспределительную трубку, помещенную в раствор на глубину 1—2 см от дна колбы, пропускают воздух в течение 8 ч при комнатной температуре. Содержимое колбы переносят в стакан вместимостью 2000 см<sup>3</sup> и упаривают на водяной бане, пропуская над раствором поток воздуха до образования на поверхности тонкой корочки кристаллов (обычно это происходит при уменьшении объема в 2—2,5 раза). Раствор охлаждают, тщательно перемешивая, добавляют 150 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и нагревают до полного растворения выпавших кристаллов.

Высаливают хлористый триотилендиаминкобальт медленным прибавлением 300 см<sup>3</sup> спирта в течение 1 ч. Раствор охлаждают, кристаллы отфильтровывают через фильтрующую воронку типа ВФ ПОР100 под вакуумом, создавая разряжение при помощи водоструйного насоса, промывают четыре раза спиртом по 100—150 см<sup>3</sup>, перемешивая каждый раз кристаллы и отсасывая промывную жидкость. Кристаллы помещают в фарфоровую чашку и на водяной бане выпаривают остаток спирта.

Полученный продукт растворяют в 350 см<sup>3</sup> кипящей воды и снова высаливают 300 см<sup>3</sup> спирта в течение 1 ч. Охлаждают, отфильтровывают кристаллы через стеклянную фильтрующую воронку типа ВФ ПОР100 и промывают спиртом до тех пор, пока фильтрат не будет бесцветным. Кристаллы тонким слоем распределяют в чашках для выпаривания и сущат сначала на воздухе не менее 12 ч, а затем в течение 3—4 ч в сущильном шкафу при температуре (105±3) °C.

Масса полученного препарата — около 300 г.

Препарат хранят в герметично закрытой банке и перед использованием сушат в сушильном шкафу в течение 1 ч при температуре (105±3) °C.

60 г препарата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака, растворяют в воде и объем раствора доводят до 1000 см³.

Буферный раствор с рН 3,6 готовят следующим образом: 12,3 г уксуснокислого натрия растворяют в воде, добавляют 80 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и доводят водой объем раствора до 1000 см<sup>3</sup>. рН раствора проверяют на рН-метре и корректируют добавлением одного из указанных реактивов.

Анетон по ГОСТ 2603.

Бромкрезоловый зеленый (индикатор), раствор с массовой долей реактива 0.2%; готовят следующим образом: 0.2 г индикатора растворяют в 6 см<sup>3</sup> раствора c (NaOH) = 0.1 моль/дм<sup>3</sup> и 5 см<sup>3</sup> этилового спирта, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

## (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.5.3. Проведение анализа

2,5 г триполифосфата натрия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор 1). Фильтруют через сухой бумажный фильтр («синяя лента») в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. 50 см³ полученного фильтрата пипеткой переносят в стакан вместимостью 250 см³ и добавляют раствор с (HCl) = 0,5 моль/дм³ до рН 3,6 (проверяют на рН-метре), перемешивая на магнитной мешалке. Добавляют 10 см³ буферного раствора и приливают по каплям 12 см³ раствора триэтилендиаминко-бальта.

После добавления всего количества реактива раствор перемешивают в течение 15 мин. Полученный осадок фильтруют через высущенный до постоянной массы фильтрующий тигель типа ТФ ПОР16, промывают небольшими порциями воды, подкисленной до рН 3,6, сущат в сущильном шкафу при температуре (105±3) "С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

## (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.5.4. Обработка результатов

Массовую долю триполифосфата натрия  $(X_1)$  в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 368 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 530 \cdot 50},$$

где  $m_1$  — масса высушенного осадка, г;

т — масса навески, г;

 $\frac{368}{530}$  — отношение молекулярной массы безводного триполифосфата натрия (Na<sub>5</sub>P<sub>3</sub>O<sub>10</sub>) к соответствующей массе осадка [Co (NH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>—CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>]·H<sub>2</sub>P<sub>3</sub>O<sub>10</sub>·2H<sub>2</sub>O.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4 % при доверительной вероятности P=0,95.

 4.5.5. Допускается определение массовой доли триполифосфата натрия проводить по экспрессной методике.

Для этого 50 см<sup>3</sup> фильтрата, полученного в соответствии с п. 4.5.3, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 1—2 капли бромкрезолового зеленого и при постоянном перемешивании на магнитной мешалке прибавляют по каплям раствор с (HCl) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup> до перехода синего цвета раствора в желтый. Затем прибавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора и, не прекращая перемешивания, прибавляют из бюретки медленно, по каплям, 12 см<sup>3</sup> раствора хлористого триэтилендиаминкобальта в течение 4—5 мин (скорость приливания реактива регулируют с помощью винтового зажима).

После прибавления всего объема реактива раствор с осадком перемешивают еще в течение 15 мин. Осадок фильтруют через предварительно промытый ацетоном и высушенный в течение 30 мин фильтрующий тигель ПОР 16. Осадок количественно переносят на фильтр минимальным объемом воды, подкисленной уксусной кислотой до рН 3,6. Затем стенки тигля и осадок промывают двумя порциями по 10 см<sup>3</sup> ацетона. Тигель с осадком сушат в сушильном шкафу при температуре (100±5) °C в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

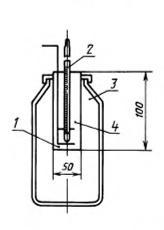
При разногласиях в оценке массовой доли триполифосфата натрия анализ проводят весовым методом.

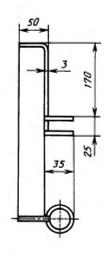
## (Введен дополнительно, Изм. № 3).

 Определение массовой доли первой формы триполифосфата натрия

4.6.1. Сущность метода

Определение основано на экзотермическом эффекте, возникающем при смешивании триполифосфата натрия с водой в определенных условиях.





Черт. 1

#### 4.6.2. Реактивы и аппаратура

Прибор для определения массовой доли первой формы триполифосфата натрия (черт. 1) состоит из стакана 4 с закругленными краями, закрепляемого в крышке стеклянной банки 3, служащей термостатирующим сосудом, вместимостью 1 дм3; термометра 2 со шкалой от 0 до 50 °C и ценой деления 0,1 °C, мешалки 1 из латуни или нержавеющей стали. Стакан, термометр и мешалка должны быть сухими.

Глицерин дистиллированный ГОСТ 6824, сорт динамитный или глицерин по ГОСТ 6259; рассчитанный объем глицерина разбавляют водой до плотности 1,249-1,250 г/см3 при 25 °С.

> Вода дистиллированная по ГОСТ 6709. 4.6.3. Подготовка к анализу

150-200 г триполифосфата натрия, растертые в ступке и пропущенные через сито

№ 014 по ГОСТ 6613, а также глицерин, дистиллированную воду, мерный цилиндр вместимостью 25 см³ и прибор выдерживают при температуре (25±1) °C.

4.6.2, 4.6.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.6.4. Проведение анализа

50 г глицерина взвещивают в химическом стакане результат взвещивания в граммах записывают до второго десятичного знака. 50 г триполифосфата натрия, полученного в соответствии с п. 4.6.3, взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

Триполифосфат помещают в стакан прибора и закрепляют его в крышке термостатирующего сосуда 3. Пускают в ход секундомер (начало анализа) и начинают перемешивать смесь.

Сначала мешалку опускают до дна и в течение 30 с смесь перемешивают кругообразными движениями, стремясь получить однородную пасту. Следующие 90 с смесь перемешивают в вертикальном направлении со скоростью около 240 полных движений (движение вверх и вниз) в минуту. Масса должна быть тщательно перемешана во всем объеме.

Через 2 мин после начала анализа перемешивание прекращают, устанавливают термометр, укрепленный на штативе, в центре стакана на расстоянии 1 см от его дна и наблюдают за изменением температуры. Через 4 мин 45 с лосле начала анализа отмечают температуру ( $T_1$ ). Через 5 мин после начала анализа в смесь быстро вливают 25 см3 воды и вновь начинают перемещивание в вертикальном направлении сначала со скоростью около 90 движений в минуту в течение 5 с, а затем со скоростью около 240 движений в минуту в течение 30 с. Смесь перемешивают от дна стакана до поверхности так, чтобы верхнее кольцо мешалки не выходило из пасты.

Через 5 мин 35 с после начала анализа прекращают перемешивание и наблюдают повышение температуры. В тот момент, когда температура достигнет максимума, а затем снова понизится на 0,1 °C, отмечают максимальную температуру ( $T_2$ ). Если по истечении 15 мин после начала анализа температура не будет понижаться, за  $T_2$  принимают температуру, установленную через 15 мин после начала анализа.

Положение прибора после прекращения перемешивания должно сохраняться без изменения. По окончании анализа термометр вынимают и осматривают содержимое стакана для проверки полноты и равномерности перемешивания смеси.

4.6.5. Обработка результатов

Массовую долю первой формы триполифосфата натрия  $(X_2)$  в процентах вычисляют по эмпирической формуле

$$X_2 = [(T_2 - T_1) - 6] \cdot 4,$$

где  $T_1$  — начальная температура смеси, \*C;  $T_2$  — максимальная температура смеси, \*C;

4 и 6 - эмпирические величины.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 2 % при доверительной вероятности P = 0.95.

4.6.4, 4.6.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7. (Исключен, Изм. № 3).

4.8. Определение массовой доли железа с ортофенантролином

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.8.1. Сущность метода

Метод основан на фотометрическом определении железа с ортофенантролином при рН 4—5, предварительно восстановленного аскорбиновой кислотой.

4.8.2. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1,

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей аскорбиновой кислоты 5 %, раствор годен в течение 14 сут.

Ортофенантролин, раствор с массовой долей ортофенантролина 0,5 %; готовят следующим образом: 0,5 г реактива взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, навеску растворяют в 10 см<sup>3</sup> этилового спирта и доводят объем раствора водой до 100 см<sup>3</sup>.

«Конго» красный.

Бумага индикаторная «конго»; готовят следующим образом: 0,1 г индикатора взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, навеску растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, в раствор погружают на 20—30 мин полоски фильтровальной бумаги «синяя лента», затем бумагу сушат на воздухе, режут на мелкие кусочки и хранят в бюксе.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Железо (III) окись.

Стандартный раствор железа, 1 см³ которого содержит 0,01 мг железа, готовят следующим образом: 0,7140 г железа (III) окиси помешают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 50 см³ соляной кислоты 1:1 при нагревании. Раствор после охлаждения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой, перемешивают. 5 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 10 см³ соляной кислоты 1:1, доводят до метки водой, перемешивают.

## 4.8.3. Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика готовят серию образцов для градуирования. С этой целью в мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 1, 2, 4, 6, 8, 10 и 12 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,01, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08, 0,10 и 0,12 мг железа. Объем растворов в колбах доводят водой приблизительно до 20 см³, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты 1:1, 2 см³ аскорбиновой кислоты, перемешивают, прибавляют 2 см³ ортофенантролина, помещают кусочек бумаги «конго» и при тщательном перемешивании прибавляют по каплям раствор аммиака 1:1 до перехода синего цвета бумаги в красный. Доводят объем растворов водой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность образцовых растворов на фотоколориметре относительно контрольного раствора при длине волны (540±10) нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

#### 4.8.4. Проведение анализа

5 г продукта взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, навеску помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 50 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1,18 г/см<sup>3</sup>, накрывают стакан фарфоровой чашкой и кипятят в течение 15 мин.

После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемещивают. Если раствор мутный, его фильтруют.

10 см³ раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 2 см³ аскорбиновой кислоты, перемешивают, прибавляют 2 см³ ортофенантролина и далее анализ продолжают, как при подготовке образцов для построения градуировочного графика.

Одновременно готовят контрольный раствор, в который вносят 1 см<sup>3</sup> соляной кислоты, используемой для гидролиза пробы, и все реактивы для фотометрического определения железа.

4.8.5. Обработка результатов

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

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10 \cdot 1000}$$

где m<sub>1</sub> — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

т — 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.

4.8.6. Допускается определение массовой доли железа проводить по ГОСТ 24024.11.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят по ГОСТ 24024.11.

4.8.1—4.8.6. (Введены дополнительно, Изм. № 3).

4.9. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.9.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в воде при определенных условиях и весовом определении нерастворимых в воде веществ.

4.9.2. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.9.3. Проведение анализа

10 г триполифосфата натрия взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску помещают в стакан вместимостью 400 см³, растворяют в 200 см³ воды и кипятят в течение 10 мин. После охлаждения раствор фильтруют под вакуумом через фильтрующий тигель типа ТФ ПОР 16, который предварительно высушивают при температуре (105±3) °С до постоянной массы и взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают водой до нейтральной реакции промывных вод по фенолфталеину.

Тигель с осадком сушат при температуре (105±3) "С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.9.4. Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде веществ ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески, r;

 $m_1$  — масса тигля с осадком, г;

 $m_2$  — масса тигля, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0.01 % при доверительной вероятности P = 0.95.

4.10, 4.11-4.11.4. (Исключены, Изм. № 3).

4.12. Определение массовой доли тяжелых металлов, осаждаемых сероводородом

4.12.1. Сущность метода

Метод основан на фотометрическом измерении величин оптических плотностей растворов, содержащих сульфиды тяжелых металлов, при использовании тиоацетамида, гидролизующегося до сероводорода в щелочной среде:

$$CH_3CSNH_2 + 2H_2O \rightarrow CH_3COONH_4 + H_2S\uparrow$$
.

4.12.2. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота уксусная (ледяная) по ГОСТ 61.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей гидроокиси натрия 20 %.

Калий-натрий виннокислый 4-водный (сегнетова соль) по ГОСТ 5845, раствор с массовой долей калия-натрия виннокислого 20 %.

Тиоацетамид, водный раствор с массовой долей тиоацетамида 2 %, профильтрованный через плотный беззольный фильтр, раствор устойчив в течение 3—4 сут.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027.

Раствор сравнения, 1 см<sup>3</sup> которого содержит 0,01 мг свинца, готовят следующим образом: по ГОСТ 4212 готовят раствор, содержащий в 1 см<sup>3</sup> 1 мг свинца. Раствор устойчив продолжительное время. Затем 2 см<sup>3</sup> этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, прибавляют 50—70 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор неустойчив, его готовят перед употреблением).

4.12.3. Построение градуировочного графика

Готовят серию образцов для градуировки. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> с помощью бюретки помещают 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0; 17,5; 20,0 см<sup>3</sup> раствора сравнения, что соответствует 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125; 0,150; 0,175 и 0,200 мг свинца и добавляют до 40 см<sup>3</sup> воды. Одновременно в тех же условиях готовят раствор, не содержащий свинца.

В каждую колбу прибавляют 2 см<sup>3</sup> сегнетовой соли, 4 см<sup>3</sup> гидроокиси натрия, 2 см<sup>3</sup> тиоацетамида. Объемы растворов доводят водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность образцов для градуировки на фотоэлектроколориметре при длине волны (440±10) нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, относительно раствора, содержащего все реактивы, за исключением раствора свинца.

По полученным значениям оптических плотностей строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в образцах для градуировки массы свинца в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

4.12.1—4.12.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.12.4. Проведение анализа

15 г триполифосфата натрия взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака. Навеску растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды в мерной колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют. 25 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 2 см<sup>3</sup> сегнетовой соли и далее проводят анализ, как описано в п. 4.12.3.

Оптическую плотность измеряют относительно раствора пробы триполифосфата натрия, приготовленной одновременно с анализируемой пробой и содержащей все реактивы, за исключением раствора тиоацетамида.

Массу свинца в пробе в миллиграммах находят по градуировочному графику.

4.12.5. Обработка результатов

Массовую долю тяжелых металлов ( $X_5$ ) (в пересчете на свинец) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 250 - 100}{1000 - 25 \cdot m},$$

где m — масса навески, г;

т. — масса свинца, найденная по градуировочному графику, мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0004 % при доверительной вероятности P = 0.95.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.13. Определение массовой доли мышьяка

4.13.1. Сущность метода

Метод основан на восстановлении соединений мышьяка до арсина, взаимодействии арсина с раствором диэтилдитиокарбамата серебра в диметилформамиде и фотометрическом измерении оптической плотности раствора с образовавшимся комплексным соединением при длине волны  $\lambda = (540\pm10)$  нм.

4.13.2. Реактивы, растворы и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей серной кислоты 10 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см3.

Олово двухлористое, раствор готовят растворением 40 г двухлористого олова в смеси 25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 75 см<sup>3</sup> соляной кислоты.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей йодистого калия 15 %.

Цинк гранулированный, не содержащий мышьяка.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей гидроокиси натрия 10 %.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор с массовой долей уксуснокислого свинца 5 %. Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.д.а., раствор с массовой долей азотнокислого серебра 1.7 %.

I-Эфедрин фармакопейный.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 0.1 %.

Бумага, пропитанная раствором уксуснокислого свинца; готовят по ГОСТ 4517.

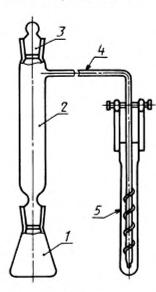
Мышьяка трехокись.

Диметилформамид.

N, N-диэтилдитиокарбамат серебра; готовят следующим образом: 2,25 г N, N-диэтилдитиокарбамата натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака), растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, затем медленно при перемешивании прибавляют равный объем азотнокислого серебра, фильтруют через фильтрующий тигель, промывают небольшим объемом воды и высущивают. Хранят в склянке из темного стекла.

Поглотительный раствор готовят следующим образом: 0,25 г N, N-диэтилдитиокарбамата серебра и 0,25 г *I*-эфедрина взвешивают (результаты взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака), растворяют в 1000 см<sup>3</sup> диметилформамида при интенсивном перемешивании в течение 1 ч, после чего раствор фильтруют через бумажный фильтр в сухую склянку из темного стекла. Раствор пригоден в течение двух недель.

Раствор сравнения, содержащий 0,001 мг мышьяка в 1 см<sup>3</sup>, готовят следующим образом: взвешивают 0,132 г трехокиси мышьяка (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака), навеску растворяют в 10 см<sup>3</sup> гидроокиси натрия. Полученный раствор нейтрализуют в присутствии фенолфталеина раствором серной кислоты в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> избытка раствора серной кислоты, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают.



Черт. 2

5 см<sup>3</sup> полученного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают (раствор готовят перед употреблением).

Прибор для определения мышьяка (черт. 2) состоит из конической колбы 1 вместимостью 100 см<sup>3</sup>, в которую вставляется на шлифе фильтрующая насадка 2 для заполнения бумагой, пропитанной уксуснокислым свинцом. Сверху насадка закрывается пришлифованной пробкой 3. Насадка имеет боковой отвод 4, заканчивающийся капилляром и навинченной стеклянной спиралью.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.13.3. Построение градуировочного графика

Готовят серию образцов для градуировки, для чего в колбы приборов для отгонки мышьяка вносят 2, 4, 6, 8, 10, 12 и 15 см<sup>3</sup> раствора сравнения, что соответствует 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,01; 0,012 и 0,015 мг мышьяка.

В каждую колбу прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доводят до объема 40 см<sup>3</sup> водой, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия и 2 см<sup>3</sup> двухлористого олова. Растворы перемешивают и оставляют на 15 мин.

Собирают прибор следующим образом. Фильтрующую насадку заполняют сухой бумагой, пропитанной раствором уксуснокислого свинца. В поглотительный сосуд наливают 5 см<sup>3</sup> раствора N, N-диэтилдитиокарбамата серебра в диметилформамиде, помещают внутрь трубку бокового отвода и подвешивают сосуд к отводу на крючках.

5 г металлического цинка взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака), помещают в колбу для оттонки и быстро закрывают насадкой.

Отгонку мышьяка проводят в течение 1 ч, после чего измеряют оптическую плотность поглотительного раствора на фотоэлектроколориметре при длине волны 540 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Измерения проводят относительно раствора N, N-диэтилдитиокарбамата серебра в диметилформамиде из поглотительного сосуда, полученного в результате отгонки раствора, содержащего все реактивы, за исключением раствора мышьяка.

По полученным значениям оптических плотностей строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащуюся в образцах для градуировки массу мышьяка в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

## (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.13.4. Проведение анализа

0,3 г триполифосфата натрия взвещивают и результат взвещивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в колбу для отгонки мышьяка, растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды, добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и далее анализ проводят, как описано в п. 4.13.3.

### 4.13.5. Обработка результатов

Массовую долю мышьяка ( $X_6$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot 100}{1000 \cdot m}$$

где m — масса навески, г;

т. – масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0.0004 % при доверительной вероятности P = 0.95.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят по ГОСТ 24024.10.

4.14. Определение рН 1 %-ного водного раствора

Раствор 1, полученный по п. 4.5.3, помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, погружают электроды pH-метра и измеряют величину pH согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

При разногласиях в оценке рН 1 %-ного водного раствора анализ проводят по ГОСТ 24024.5.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.15. Определение гранулометрического состава

Определение проводят по ГОСТ 24024.1. Определяют остаток на сетке со стороной ячейки в свету 0,500 и 0,250 мм по ГОСТ 6613.

#### (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.16. Определение сыпучести

Определение проводят по ГОСТ 22567.12.

4.17. Определение степени белизны — по ГОСТ 24024.4.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

## 5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Технический триполифосфат натрия упаковывают в клапанные или открытые четырех-, пяти-, шестислойные бумажные мешки по ГОСТ 2226 марки БМ или полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811, или полипропиленовые мешки, а также в мягкие специализированные контейнеры для сыпучих продуктов типа МК-1,5 Л или в специальные мягкие контейнеры разового использования типов МКР-1,0 М, МКР-1,0 С и МКР-М.

Триполифосфат натрия для розничной торговли упаковывают при фасовке в картонные пачки № 14 по ГОСТ 17339 или в картонные пачки № 14 по нормативно-технической документации, или пакеты из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354.

Пищевой триполифосфат натрия упаковывают в четырех-, пяти-, шестислойные бумажные мешки по ГОСТ 2226 марки БМ.

При перевозках морским или речным транспортом триполифосфат натрия упаковывают в бумажные мешки с вложенным в них полиэтиленовым мешком-вкладышем или в бумажные мешки по ГОСТ 2226 марки ПМ, или в бумажные мешки по ГОСТ 2226 марки БМ, уложенные в универсальные контейнеры.

Открытые полиэтиленовые мешки должны быть заварены, бумажные мешки — зашиты машинным способом.

## (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

 Продукт, предназначенный для экспорта, упаковывают в соответствии с заказом-нарядом внешнеторговых организаций.

Триполифосфат натрия для розничной торговли в пачках или полиэтиленовых пакетах дополнительно упаковывают в ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13841 или упаковывают в термоусадочную пленку по ГОСТ 25951.

Масса брутто упакованного триполифосфата натрия во вторичную упаковку не должна превышать 25 кг.

5.3. Масса нетто мешка с триполифосфатом натрия должна быть 30—35 кг. Допускаемые отклонения массы составляют ±3 %.

Для триполифосфата натрия, предназначенного для экспорта, отклонения по массе нетто — в соответствии с требованиями заказа-наряда внешнеторговых организаций.

Масса нетто продукта для розничной торговли должна быть не более 2 кг. Допускаемое отклонение от массы нетто порошка в пачках и в полиэтиленовых пакетах должно быть в пределах ±5 %.

## 5.2, 5.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от влаги», а также следующих данных, характеризующих продукцию:

наименования предприятия-изготовителя и его товарного знака;

наименования продукта, марки, сорта;

наименования партии и даты изготовления;

обозначения настоящего стандарта.

Маркировочные данные наносят на поверхность полиэтиленового мешка маркировочной машиной или полиэтиленовый ярлык с указанной маркировкой приваривают к поверхности мешка, или заваривают вместе с горловиной мешка. На бумажные мешки приклеивают ярлыки или наносят маркировку печатью.

На каждый мешок триполифосфата натрия, предназначенного на экспорт, маркировку наносят по ГОСТ 14192 в соответствии с заказом-нарядом внешнеторговой организации.

При перевозке в мягких специализированных контейнерах ярлык с маркировочными данными вкладывается в карман контейнера.

На пакеты и пачки с триполифосфатом натрия, предназначенным для розничной торговли, наносится полиграфическим способом красочная этикетка со следующими маркировочными данными:

наименование и назначение продукции;

наименование предприятия-изготовителя и (или) его товарный знак;

масса нетто:

обозначение настоящего стандарта:

краткая инструкция по применению (см. приложение).

## (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

5.5. Триполифосфат натрия транспортируют в крытых железнодорожных вагонах, закрытых палубных судах и крытым автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозок, действующими на данном виде транспорта.

Допускается при транспортировании железнодорожным транспортом упаковывать триполифосфат натрия в специализированные мягкие контейнеры без перевалок в пути следования с погрузкой и выгрузкой на подъездных путях предприятий.

- 5.6. Триполифосфат натрия для Крайнего Севера и отдаленных районов упаковывают в мягкие специализированные контейнеры и бумажные мешки по ГОСТ 2226 марки БМ в соответствии с ГОСТ 15846.
  - 5.5, 5.6. (Измененная редакция, Изм. № 2).
- Триполифосфат натрия транспортируют насыпью в специально оборудованных крытых вагонах, вагонах-цистернах.

Упакованный продукт транспортируют пакетами в соответствии с правилами перевозок, действующими на данном виде транспорта. Допускается по согласованию с потребителем транспортирование упакованного продукта в непакетированиом виде.

## (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

- 5.8. Триполифосфат натрия хранят в закрытых складских помещениях.
- Специализированные мягкие контейнеры хранят в закрытых помещениях или под навесом.
- 5.9. Срок хранения продукта не ограничен.

#### ИНСТРУКЦИЯ ПО ПРИМЕНЕНИЮ ТРИПОЛИФОСФАТА НАТРИЯ

Триполифосфат натрия применяется в качестве добавки при стирке всех видов тканей в любой воде различной температуры; для мытья стекол, сильно загрязненной и жирной посуды, для чистки ванн, раковин и унитазов.

Перед стиркой белье предварительно замачивают в теплом растворе триполифосфата натрия (1/2 стакана на ведро воды). Очень загрязненное белье рекомендуется оставить в указанном растворе на 2—3 ч.

Затем белье стирают и при необходимости кипятит с моющими средствами.

После стирки белье следует тщательно прополоскать в чистой воде.

При условии хранения в сухом месте срок хранения триполифосфата натрия неограничен.

ПРИЛОЖЕНИЕ. (Введено дополнительно, Изм. № 2).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений

## РАЗРАБОТЧИКИ

- Т.А. Оралов, Ф.Б. Юдаева, Л.И. Горобец, А.Ф. Гафарова, Л.А. Ельппева, В.А. Гармаш
- УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 08.05.86 № 1187
- 3. B3AMEH FOCT 13493-77
- Стандарт полностью соответствует международным стандартам ИСО 850—76, ИСО 851—76, ИСО 852—76, ИСО 2996—74, ИСО 3000—74
- 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД,<br>на который дама ссылка | Номер пункта, подпункта  | Обозначение НТД,<br>на который дана есылка | Номер пункта, подпункта  |
|--|--------------------------|--|--------------------------|
| ΓΟCT 12.4.013-85                           | 2.4                      | ГОСТ 6709—72                               | 4.4.1.2; 4.4.2.2; 4.5.2; |
| ΓΟCT 12.4.041-89                           | 2.4                      |  | 4.6.2; 4.8.2; 4.9.2;     |
| ΓΟCT 12.4.103-83                           | 2.4                      | MA. 5276                                   | 4.12.2; 4.13.2           |
| ΓΟCT 61-75                                 | 4.5.2; 4.12.2            | ΓΟCT 682496                                | 4.6.2                    |
| ГОСТ 199-78                                | 4.5.2                    | ΓΟCT 8864—71                               | 4.13.2                   |
| ΓΟCT 1027-67                               | 4.12.2; 4.13.2           | ΓΟCT 914780                                | 4.2.5                    |
| ΓΟCT 1277-75                               | 4.13.2                   | ΓΟCT 933675                                | 4,4.2.2                  |
| ΓΟCT 1770-74                               | 4.2.5                    | ΓΟCT 10354—82                              | 5.1                      |
| ΓΟCT 2226-88                               | 5.1; 5.6                 | ΓΟCT 13841-95                              | 5.2                      |
| ΓΟCT 2603-79                               | 4.5.2                    | ΓΟCT 14192-96                              | 5.4                      |
| ΓΟCT 3118-77                               | 4.4.1.2; 4.4.2.2; 4.5.2; | ΓΟCT 1584679                               | 5.6                      |
|  | 4.8.2; 4.12.2; 4.13.2    | ΓΟCT 17339-79                              | 5.1                      |
| ΓΟCT 3760-79                               | 4.4.2.2; 4.8.2           | ΓΟCT 17811-78                              | 5.1                      |
| ΓΟCT 3765-78                               | 4.4.2.2                  | ΓΟCT 18300—87                              | 4.5.2; 4.8.2             |
| ΓΟCT 4198-75                               | 4.4.2.2                  | ΓΟCT 21560.0—82                            | 4.1.1                    |
| ΓΟCT 4204-77                               | 4.13.2                   | ΓΟCT 22567.12-82                           | 4.16                     |
| ΓΟCT 4212-76                               | 4.12.2                   | ΓΟCT 24024.1—80                            | 4.15                     |
| ΓΟCT 4232-74                               | 4.13.2                   | ΓΟCT 24024.4—80                            | 4.17                     |
| ΓOCT 432877                                | 4.4.1.2; 4.12.2; 4.13.2  | ΓΟCT 24024.5—80                            | 4.14                     |
| ΓΟCT 4461-77                               | 4.4.2.2                  | ΓΟCT 24024.8—81                            | 4.4.2.5                  |
| ΓΟCT 4517—87                               | 4.4.1.2; 4.13.2          | ΓΟCT 24024,10-81                           | 4.13.5                   |
| ΓΟCT 4525-77                               | 4,5.2                    | ΓΟCT 24024.1181                            | 4.8.6                    |
| ΓΟCT 4919.1-77                             | 4.9.2                    | ΓΟCT 24104—88                              | 4.2.1                    |
| ΓOCT 5845-79                               | 4.12.2                   | ГОСТ 25336—82                              | 4.2.5; 4.9.2             |
| ΓΟCT 6259-75                               | 4.6.2                    | ΓΟCT 25951—83                              | 5.2                      |
| ΓΟCT 661386                                | 1.3; 4.2.4; 4.6.3; 4.15  | ГОСТ 28498—90                              | 4.2.6                    |

- Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)
- ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в апреле 1987 г., декабре 1988 г., декабре 1990 г. (ИУС 7—87, 4—89, 5—91)

Редактор Л.И. Нахимова Технический редактор Н.С. Гришанова Корректор Е.Ю. Митрофанова Компъютерная верстка Л.А. Круговой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.02.99. Подписано в печать 25.03.99. Усл. печ. л. 2,32. Уч. изд. л. 1,95. Тираж 216 экз. С2386. Зак. 284.

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