



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР

## ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 16412.2-91—ГОСТ 16412.5-91;

ГОСТ 16412.7-91—ГОСТ 16412.9-91

Издание официальное

1 руд. 30 коп. БЗ 1—91/17



КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР

Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР

# ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 16412.2-91—ГОСТ 16412.5-91;  
ГОСТ 16412.7-91—ГОСТ 16412.9-91

Издание официальное

МОСКВА — 1991

**ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ**

Методы определения фосфора

Iron powder.  
Methods for the determination of phosphorus**ГОСТ****16412.2—91**

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,005 до 0,05%) и титриметрический (при массовой доле от 0,02 до 0,05%) методы определения фосфора в железном порошке.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании желтой фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии гидроксиламина или аскорбиновой кислоты в присутствии антимонилтарtrate калия до образования комплексного соединения, окрашенного в синий цвет.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотозлектроколориметр или спектрофотометр.

Фильтры бумажные по нормативно-технической документации.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 2, 1 : 100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 1, 1 : 2.

Кислота хлорная.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 2%.

Калий антимонилтарtrate по нормативно-технической документации, раствор с массовой долей 0,3%.

**Издание официальное**

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1, 1 : 100.

Аммоний бромистый по ГОСТ 19275, раствор с массовой долей 10%.

Сульфит натрия, раствор с массовой долей 10%.

Бумага индикаторная «конго».

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300 или гидролизный.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор с массовой долей 5%; 50 г молибденовокислого аммония растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды при 40°C, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают; хранят в полиэтиленовой посуде.

Перекристаллизация молибденовокислого аммония: 250 г реактива помещают в стакан вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды при нагревании до 70—80°C. Раствор фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», охлаждают до комнатной температуры, приливают к нему при помешивании 300 см<sup>3</sup> этилового спирта, дают осадку отстояться в течение 1 ч и отфильтровывают его на фильтр средней плотности «белая лента», помещенный в воронку Бюхнера, пользуясь водоструйным насосом. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

Реакционная смесь: 1,74 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды при нагревании, прибавляют 21 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают, доливают водой до 250 см<sup>3</sup> и перемешивают; готовят перед применением.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 20%.

Магний хлористый по ГОСТ 4209.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор с массовой долей 5%.

Магнезиальная смесь: 50 г хлористого магния и 100 г хлористого аммония растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, прибавляют раствор аммиака до ощутимого запаха, оставляют раствор на 12 ч, затем отфильтровывают образовавшийся осадок на плотный фильтр «синяя лента». К фильтрату прибавляют соляную кислоту до кислой реакции по индикаторной бумаге Конго.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, стандартные растворы А и Б.

Раствор А: 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия, перекристаллизованного и высушенного до постоянной массы при 100—105°C, помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г фосфора.

При необходимости устанавливают массовую концентрацию стандартного раствора фосфора: 50 см<sup>3</sup> раствора А наливают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 20 см<sup>3</sup> магниальной смеси. Прибавляют раствор аммиака до появления запаха, охлаждают до температуры не выше 20°C, энергично перемешивают раствор стеклянной палочкой, добавляют еще 10 см<sup>3</sup> аммиака и оставляют на 12 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр «синяя лента» с добавлением беззольной бумажной массы и промывают его 40—12 раз холодным раствором аммиака (1:100). Фильтр с осадком помещают в прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре (1100 ± 50)°С.

Массовую концентрацию раствора фосфорнокислого калия ( $T$ ), в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$T = \frac{(m_1 - m_2)(m_3 - m_4) \cdot 0,2787}{V},$$

где  $m_1$  — масса тигля с осадком пиррофосфорнокислого магния, г;

$m_2$  — масса тигля без осадка, г;

$m_3$  — масса тигля с осадком контрольного опыта, г;

$m_4$  — масса тигля без осадка контрольного опыта, г;

0,2787 — коэффициент пересчета пиррофосфорнокислого магния на фосфор;

$V$  — объем раствора однозамещенного фосфорнокислого калия, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

## 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску железного порошка массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:2) и растворяют при нагревании. Раствор выпаривают до состояния влажных солей, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:2) и снова выпаривают до состояния влажных солей. Соли растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:2), добавляют 30 см<sup>3</sup> воды и кипятят до удаления окислов азота. Отфильтровывают выделившуюся кремниевую кислоту через фильтр средней плотности «белая лента», содержащей небольшое количество бумажной массы. Осадок промывают 7—8 раз небольшими порциями азотной кислоты (1:100). Фильтр с осадком кремниевой кислоты отбрасывают. В растворе окисляют фосфор, добавляя по каплям при нагревании 1—2 см<sup>3</sup> марганцовокислого калия до выпадения бурого осадка диоксида марганца и кипятят 2—3 мин. Приливают по каплям раствор азотистокислого натрия до полного растворения осадка и просветления раствора

и кипятят до удаления окислов азота. Раствор упаривают до 60—70 см<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

При массовой доле фосфора менее 0,01% удаляют мышьяк в виде бромида. Для этого раствор после окисления фосфора выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Затем сухой остаток растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора бромистого аммония и выпаривают раствор досуха. Обработку соляной кислотой проводят трижды. К сухому остатку приливают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до растворения солей, прибавляют 20—40 см<sup>3</sup> воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

*2.3.2. Определение фосфора с применением в качестве восстановителя ионов двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина (при массовой доле фосфора от 0,01 до 0,05%)*

Отбирают пипеткой аликвотную часть раствора 20 см<sup>3</sup>, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Приливают раствор аммиака (1:1) до начала выпадения гидроксида железа, который затем растворяют, добавляя по каплям соляную кислоту (1:1), приливают 10 см<sup>3</sup> гидроксиламина. Раствор медленно нагревают до кипения, при этом он должен стать бесцветным, охлаждают и приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), затем медленно при непрерывном помешивании добавляют 8 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония. Через 1 мин доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре при  $\lambda=810$  нм, или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром  $\lambda=620—640$  нм. В качестве раствора сравнения используют аликвотную часть анализируемого раствора, к которому добавлены все применяемые реактивы, за исключением раствора молибденовокислого аммония.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массовую долю фосфора находят по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом, близким по составу к анализируемому раствору и проведенным через все стадии анализа.

*2.3.3. Определение фосфора с применением в качестве восстановителя аскорбиновой кислоты в присутствии антимолибдартрата калия (при массовой доле фосфора от 0,005 до 0,01%)*

В два стакана вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 20 см<sup>3</sup> анализируемого раствора, прибавляют 1—2 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают растворы до начала выделения ее паров.

Соли растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды при нагревании, добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора сульфита натрия и кипятят 2—3 мин. Растворы охлаждают до 20°C. В один из стаканов приливают 5 см<sup>3</sup> реакци-

онной смеси, 10 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и 1 см<sup>3</sup> раствора антимонилтарtrate калия.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют через 10 мин на спектрофотометре при  $\lambda=810$  нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания 620—640 нм.

В качестве раствора сравнения используют вторую аликвотную часть, к которой добавлены все указанные выше реактивы, за исключением реакционной смеси.

### 2.3.4. Построение градуировочного графика

2.3.4.1. *Определение фосфора с применением в качестве восстановителя ионов двухвалентного железа в присутствии солянокислого гидроксиламина*

В шесть стаканов вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают навески карбонильного железа массой 0,1 г, приливают по 10 см<sup>3</sup> горячей азотной кислоты (1 : 2) и нагревают до полного растворения навески, после чего прибавляют по 20 см<sup>3</sup> воды и кипятят до удаления оксидов азота. В пять стаканов помещают последовательно 1, 2, 3, 4, 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора фосфора (раствор Б), что соответствует  $1 \cdot 10^{-5}$ ;  $2 \cdot 10^{-5}$ ;  $3 \cdot 10^{-5}$ ;  $4 \cdot 10^{-5}$ ;  $5 \cdot 10^{-5}$  г фосфора. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. В стаканы добавляют по каплям при нагревании 1—2 см<sup>3</sup> марганцовокислого калия до выпадения бурого осадка диоксида марганца и кипятят 2—3 мин. Приливают по каплям раствор азотистокислого натрия до полного растворения осадка и просветления раствора и кипятят до удаления оксидов азота. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают раствор аммиака (1 : 1) до начала выпадения гидроксида железа, который растворяют, добавляя по каплям соляную кислоту (1 : 1), приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксиламина. Растворы нагревают до кипения; при этом они должны стать бесцветными. Охлаждают и приливают по 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1 : 1), затем медленно, при непрерывном перемешивании, добавляют по 8 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония. Через 1 мин доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром. В качестве раствора сравнения служит навеска карбонильного железа, проведенная через все стадии анализа, в которую не добавлен стандартный раствор фосфора и раствор молибденовокислого аммония.

По найденным значениям оптической плотности с учетом поправки контрольного опыта и соответствующим им значениям массы фосфора строят градуировочный график.

### 2.3.4.2. Определение фосфора с применением в качестве восстановителя аскорбиновой кислоты в присутствии антимонитартрата калия

В шесть стаканов вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают навески карбонильного железа массой 0,1 г, приливают по 10 см<sup>3</sup> горячей азотной кислоты (1 : 2) и нагревают до полного растворения пробы, прибавляют по 20 см<sup>3</sup> воды и кипятят до удаления оксидов азота. В пять стаканов последовательно добавляют 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора фосфора (раствор Б), что соответствует  $5 \cdot 10^{-6}$ ;  $1 \cdot 10^{-5}$ ;  $1,5 \cdot 10^{-5}$ ;  $2 \cdot 10^{-5}$ ;  $2,5 \cdot 10^{-5}$  г фосфора. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. В стаканы приливают по каплям 1—2 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия до выпадения бурого осадка диоксида марганца и кипятят 2—3 мин. Прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до полного растворения осадка и просветления раствора и кипятят до удаления оксидов азота. Затем в стаканы прибавляют по 1—2 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают до начала выделения ее паров.

Соли растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды при нагревании, добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора сульфита натрия и кипятят 2—3 мин. Растворы охлаждают до температуры 20°C. В стаканы приливают 5 см<sup>3</sup> реакционной смеси, 10 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и 1 см<sup>3</sup> раствора антимонитартрата калия. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют через 10 мин на спектрофотометре при  $\lambda=810$  нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания 620—640 нм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, в который добавлены все реактивы, за исключением реакционной смеси. По найденным значениям оптической плотности с учетом поправки контрольного опыта и соответствующим им значениям массы фосфора строят градуировочный график.

## 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю фосфора ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса фосфора, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.



2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,01 включ.	0,002
Св. 0,01 » 0,02 »	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,004

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении окисленного до пятивалентного состояния фосфора в виде фосфомолибдата аммония, растворении осадка в растворе гидроксида натрия и титровании избытка гидроксида натрия азотной кислотой.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фильтры бумажные по нормативно-технической документации.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1, 1:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 4%.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор с массовой долей 5%.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Молибденовая жидкость: готовят смешением двух растворов; 36 г молибденовокислого аммония растворяют в 30 см<sup>3</sup> аммиака и 50 см<sup>3</sup> воды; 115 см<sup>3</sup> аммиака осторожно вливают в 575 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и добавляют 230 см<sup>3</sup> воды. Полученные растворы охлаждают и смешивают, осторожно вливая первый раствор во второй при перемешивании и растворении образующейся белой мути. Раствор периодически охлаждают. Раствор выдерживают в течение 48 ч. Перед применением раствор фильтруют.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, раствор с массовой долей 1%.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300 или гидролизный.

Фенолфталеин по нормативно-технической документации, раствор с массовой долей 1%; 1 г фенолфталеина растворяют в 60 см<sup>3</sup> этилового спирта и смешивают с 40 см<sup>3</sup> воды.

Вода нейтральная: к 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды, из которой предварительно удаляют углекислоту кипячением в течение 2—3 ч, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора фенолфталеина с массовой долей 1% и 5 см<sup>3</sup> титрованного раствора гидроксида натрия. Затем к раствору медленно прибавляют титрованный раствор азотной кислоты до исчезновения розовой окраски. 50 см<sup>3</sup> нейтрализованной воды должно окраситься в розовый цвет от прибавления одной капли титрованного раствора гидроксида натрия.

Бария гидроксид по ГОСТ 4107.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор с массовой долей 5%.

Известь натронная.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, титрованный раствор: 33 г гидроксида натрия растворяют в 10 дм<sup>3</sup> воды, из которой предварительно удаляют углекислоту кипячением в течение 2—3 ч. К полученному раствору добавляют 3—5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида бария с массовой долей 1% и выдерживают 36 ч до полного оседания образовавшегося осадка углекислого бария. Раствор хранят в бутылки, закрытой резиновой пробкой с двумя отверстиями: в одно из них вставлен поглотитель с натронной известью, в другое — сифонная трубка с краном, не достигающая до дна бутылки на 0,5 см с загнутым кверху концом.

Прозрачный раствор сифонируют в другую бутылку. Раствор хранят в бутылки, закрытой резиновой пробкой с двумя отверстиями, в одно из них вставлен поглотитель с натронной известью, в другое — сифонная трубка с краном.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, титрованный раствор: 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты помещают в бутылку и разбавляют до 10 дм<sup>3</sup> водой, из которой предварительно удаляют углекислоту кипячением в течение 2—3 ч. 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты должен примерно соответствовать 1 см<sup>3</sup> титрованного раствора гидроксида натрия.

Устанавливают соотношение титрованного раствора гидроксида натрия и азотной кислоты; в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> наливают из бюретки 25 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, прибавляют 25 см<sup>3</sup> нейтральной воды и титруют азотной кислотой до исчезновения розовой окраски.

Соотношение титрованного раствора гидроксида натрия и азотной кислоты ( $K$ ) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{V_2},$$

где  $V_1$  — объем раствора гидроксида натрия, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора азотной кислоты, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Массовую концентрацию гидроксида натрия устанавливают по навеске стандартного образца стали с известным содержанием фосфора, близкого по составу к анализируемому образцу, проводя все стадии анализа, указанные в п. 3.3 или по стандартному раствору фосфора.

Массовую концентрацию раствора гидроксида натрия ( $T$ ), выраженную в граммах фосфора на 1 см<sup>3</sup> раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C_{ст} \cdot m}{(V_1 - V_2 \cdot K) \cdot 100},$$

где  $C_{ст}$  — массовая доля фосфора в стандартном образце, %;

$m$  — масса навески стандартного образца стали, г;

$V_1$  — объем раствора гидроксида натрия, взятый с избытком для растворения осадка фосфорномолибденовокислого аммония, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора азотной кислоты, израсходованный на титрование избытка гидроксида натрия с учетом объема, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение между титрованными растворами гидроксида натрия и азотной кислоты.

### 3.3. Проведение анализа

Массу навески железного порошка 2 г помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, прибавляют 70—80 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 2) и растворяют при нагревании в течение 5 мин. Добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают до растворения и упаривают раствор до состояния влажных солей. Затем прибавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и вновь выпаривают раствор до состояния влажных солей. Прибавляют еще 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают его 5—6 раз горячей азотной кислотой (1 : 100). Фильтрат собирают в коническую колбу 250 см<sup>3</sup>, нагревают его до кипения, добавляют 5—10 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия и кипятят до выделения бурого осадка двуокиси марганца. Приливают по каплям раствор азотистокислого натрия до полного растворения осадка и кипятят до удаления окислов азота.

Раствор охлаждают, прибавляют к нему раствор аммиака до начала выпадения осадка гидроксида железа, который растворяют в азотной кислоте, прибавляя ее по каплям. Раствор нагревают до 50—60°С, прибавляют 50 см<sup>3</sup> молибденовой жидкости и встряхивают содержимое колбы в течение 5 мин до выпадения желтого осадка фосфоромолибдата аммония. Осадку дают отстояться в течение 3 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр «синяя лента» с добавлением бумажной массы. Колбу, в которой производилось осаж-

дение, и осадок на фильтре промывают 6—7 раз азотной кислотой (1 : 100) для удаления железа (проверка фильтрата с раствором роданистого калия). Затем осадок промывают 6—7 раз раствором азотнокислого калия до удаления свободной азотной кислоты. Полноту удаления азотной кислоты проверяют следующим образом: собирают в пробирку 0,4—0,5 см<sup>3</sup> стекающей промывной жидкости, приливают 2—3 капли раствора фенолфталеина и одну каплю титрованного раствора гидроксида натрия. Если осадок отмыт, жидкость в пробирке должна окраситься в красный цвет.

Фильтр с осадком помещают в колбу, в которой проводилось осаждение, прибавляют 25 см<sup>3</sup> нейтральной воды, 0,2—0,3 см<sup>3</sup> (4—6 капель) раствора фенолфталеина, разрывают фильтр стеклянной палочкой и взбалтывают содержимое колбы. Затем приливают титрованный раствор гидроксида натрия до появления красной окраски и взбалтывают содержимое колбы до растворения осадка. После растворения осадка раствор должен иметь розовую окраску. Прибавляют 10 см<sup>3</sup> титрованного раствора гидроксида натрия и титруют избыток щелочи титрованным раствором азотной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Одновременно проводят контрольный опыт на содержание фосфора в реактивах. К фильтрату с осадком контрольного опыта приливают 25 см<sup>3</sup> нейтральной воды и 25 см<sup>3</sup> титрованного раствора гидроксида натрия и после растворения осадка оттитровывают избыток щелочи титрованным раствором азотной кислоты.

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю фосфора ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где  $V_1$  — объем раствора гидроксида натрия, взятый с избытком для растворения осадка фосфорномолибденовокислого аммония, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора азотной кислоты, израсходованный на титрование избытка гидроксида натрия, с учетом объема, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение между титрованными растворами гидроксида натрия и азотной кислоты, см<sup>3</sup>;

$T$  — массовая концентрация раствора гидроксида натрия, выраженная в г/см<sup>3</sup> фосфора;

$m$  — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Академией наук СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Клименко, канд. техн. наук; А. Е. Куцевский, канд. хим. наук; В. А. Дубок, канд. хим. наук (руководитель темы); В. И. Корнилова, канд. хим. наук; В. В. Гарбуз, канд. хим. наук; Л. Д. Бернацкая

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.05.91 № 692

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 16412.2—80

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2; 3.2
ГОСТ 3765—78	2.2; 3.2
ГОСТ 3773—72	2.2
ГОСТ 4107—78	2.2; 3.2
ГОСТ 4139—75	3.2
ГОСТ 4197—74	2.2; 3.2
ГОСТ 4198—75	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4209—77	2.2
ГОСТ 4217—77	3.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 13610—79	2.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 19275—73	2.2
ГОСТ 20490—75	3.2
ГОСТ 28473—90	Разд. 1