



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР**

# **ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ**

**МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

**ГОСТ 16412.0-80—ГОСТ 16412.7-80;  
ГОСТ 16412.9—80**

**Издание официальное**

**Цена 20 коп.**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва**

**РАЗРАБОТАНЫ Академией наук УССР**

**ИСПОЛНИТЕЛИ**

**В. И. Трефилов, Ю. М. Несмачный, Т. Н. Назарчук, Л. Н. Кругай, В. И. Корнилова, Л. Д. Бернадская, Л. М. Дружинская, О. И. Коробий**

**ВНЕСЕНЫ Академией наук УССР**

Член Президиума Академии наук УССР акад. АН УССР **Г. С. Писаренко**

**УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689

**ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ****Методы определения фосфора**

Iron powder. Methods for the determination  
of phosphorus

**ГОСТ  
16412.2—80**

Взамен  
ГОСТ 16412.2—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.  
до 01.07. 1986 г.

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический (при массовой доле от 0,01 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 16412.0—80.

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

Метод основан на образовании фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии гидроксил-мина до образования комплексного соединения молибденовой сини.

Для устранения влияния кремния, дающего аналогичный комплекс с молибденовокислым аммонием при кислотности раствора 0,06—0,2 н., восстановление фосфорномолибденового комплекса проводят при кислотности 0,5 н.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы лабораторные 2-го класса.

Фотоколориметр ФЭК-56 или аналогичного типа, обеспечивающий такую же погрешность измерений.



Фильтры бумажные по нормативно-технической документации. Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 2; 1 : 100. Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1; 1 : 2. Калий марганцовокислый по ГОСТ 5456—79, 2%-ный раствор. Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72 или гидролизный.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный, 5%-ный раствор; 50 г молибденовокислого аммония растворяют в 300 мл воды при 40°C, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 л, разбавляют водой до метки и перемешивают; хранят в полиэтиленовой посуде.

Перекристаллизация молибденовокислого аммония: 250 г реактива помещают в стакан вместимостью 1 л и растворяют в 400 мл воды при нагревании до 70—80°C. Раствор фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», охлаждают до комнатной температуры, приливают к нему при помешивании 300 мл 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.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 20%-ный раствор.

Магний хлористый по ГОСТ 4209—77.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Магнезиальная смесь; 50 г хлористого магния и 100 г хлористого аммония растворяют в 500 мл 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.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74, стандартные растворы А и Б.

Раствор А: 0,8526 г реактива растворяют в 150—200 мл воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора А содержит около 0,0002 г фосфора.

Раствор Б: 50 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит около 0,00001 г фосфора.

Устанавливают титр стандартного раствора фосфорнокислого аммония: 50 мл раствора А наливают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 5 мл соляной кислоты и 20 мл магнезиальной смеси. Прибавляют раствор аммиака до появления запаха, охлаждают до температуры не выше 20°C, энергично перемешивают раствор стеклянной палочкой, добавляют еще 10 мл аммиака и оставляют на 12 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр «синяя

лента» с добавлением беззольной бумажной массы и промывают его 10—12 раз холодным раствором аммиака (1:100). Фильтр с осадком помещают в прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре  $1100 \pm 50^\circ\text{C}$ .

Титр раствора фосфорнокислого аммония ( $T$ ) вычисляют по формуле

$$T = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,2783}{V},$$

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;

0,2783 — коэффициент пересчета пиррофосфорнокислого магния на фосфор;

$V$  — объем раствора двузамещенного фосфорнокислого аммония, взятый для анализа, мл.

### 2.3. Проведение анализа

Навеску железного порошка массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 мл, приливают 20 мл азотной кислоты (1:2), 10 мл соляной кислоты (1:2) и растворяют при нагревании. Раствор выпаривают до состояния влажных солей, добавляют 10 мл азотной кислоты, разбавленной 1:2 и снова выпаривают до состояния влажных солей. Соли растворяют при нагревании в 10 мл азотной кислоты (1:2), добавляют 30 мл воды и кипятят до удаления окислов азота. Отфильтровывают выделившуюся кремниевую кислоту через фильтр средней плотности «белая лента», содержащий 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 мл марганцовокислого калия до выпадения бурого осадка двуокиси марганца. К кипящему раствору добавляют 10 мл соляной кислоты (1:2) и кипятят до растворения осадка двуокиси марганца. Раствор упаривают до 60—70 мл, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой аликвотную часть раствора 20 мл, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл. Приливают раствор аммиака (1:1) до начала выпадения гидроксида железа, которую затем растворяют, добавляя по каплям соляную кислоту (1:1), приливают 10 мл гидроксиламина. Раствор медленно нагревают до кипения, при этом он должен стать бесцветным, охлаждают и приливают 10 мл соляной кислоты (1:1), затем медленно при непрерывном помешивании добавляют 8 мл раствора

молибденовокислого аммония. Через 1 мин доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоколориметре с красным светофильтром ( $\lambda_{\max}=610$  нм) в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют аликвотную часть анализируемого раствора, к которому добавлены все применяемые реактивы, за исключением раствора молибденовокислого аммония.

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.

### 2.3.1. Построение градуировочного графика

В пять стаканов вместимостью 100 мл помещают навески карбонильного железа массой 0,1 г, приливают по 10 мл горячей азотной кислоты (1:2) и нагревают до полного растворения навески, после чего прибавляют по 20 мл воды и кипятят до удаления окислов азота. В каждый стакан помещают по 1, 2, 3, 4, 5 мл стандартного раствора фосфора (раствор Б), что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05% фосфора при исходной навеске пробы массой 0,5 г и аликвотной части 20 мл. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 мл, приливают раствор аммиака (1:1) до начала выпадения гидроксида железа, которую растворяют, добавляя по каплям соляную кислоту (1:1), приливают по 10 мл раствора гидросиламина. Растворы нагревают до кипения; при этом они должны стать бесцветными. Охлаждают и приливают по 10 мл соляной кислоты (1:1), затем медленно, при непрерывном перемешивании, добавляют по 8 мл раствора молибденовокислого аммония. Через 1 мин доливают водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоколориметре с красным светофильтром ( $\lambda_{\max}=610$  нм) в кювете с толщиной слоя 50 мм. 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 полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям фосфора строят градуировочный график.

2.4. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля фосфора, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02	0,003
Св. 0,02    •  0,05	0,004

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении окисленного до пентавалентного состояния фосфора в виде фосфомолибдата аммония. Осадок фосфомолибдата аммония растворяют в растворе гидроокиси натрия, избыток которой оттитровывают азотной кислотой.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса.

Фильтры бумажные по нормативно-технической документации.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1, 1:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 4%-ный раствор.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 5%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Молибденовая жидкость: готовят смешением двух растворов; 36 г молибденовокислого аммония растворяют в 30 мл аммиака и 50 мл воды; 115 мл аммиака осторожно вливают в 575 мл азотной кислоты (1:1) и добавляют 230 мл 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—77, 1%-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72 или гидролизный.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1%-ный раствор; 1 г фенолфталеина растворяют в 60 мл этилового спирта и смешивают с 40 мл воды.

Вода нейтральная: к 1 л дистиллированной воды, из которой предварительно удаляют углекислоту кипячением в течение 2—3 ч, приливают 5 мл 1%-ного раствора фенолфталеина и 5 мл титрованного раствора гидроокиси натрия. Затем к раствору медленно прибавляют титрованный раствор азотной кислоты до исчезновения розовой окраски. 50 мл нейтрализованной воды должны окраситься в розовый цвет от прибавления одной капли титрованного раствора гидроокиси натрия.

Бария гидрат окиси по ГОСТ 4107—78.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, 5%-ный раствор.

Известь натронная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, титрованный раствор: 33 г гидроокиси натрия растворяют в 10 л воды, из которой предварительно удаляют углекислоту кипячением в течение 2—3 ч. К раствору добавляют 3—5 мл 1%-ного раствора гидрата окиси бария 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 доходящая 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—77, титрованный раствор; 50 мл азотной кислоты помещают в бутылку и разбавляют до 10 л водой, из которой предварительно удаляют углекислоту кипячением в течение 2—3 ч. 1 мл раствора азотной кислоты должен примерно соответствовать 1 мл титрованного раствора гидроокиси натрия.

Устанавливают соотношение титрованного раствора гидроокиси натрия и азотной кислоты; в коническую колбу вместимостью 250 мл наливают из бюретки 25 мл раствора гидроокиси натрия, прибавляют 25 мл нейтральной воды и титруют азотной кислотой до исчезновения розовой окраски.

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

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

где  $V_1$  — объем раствора гидроокиси натрия, взятый для титрования, мл;

$V_2$  — объем раствора азотной кислоты, израсходованный на титрование, мл.

Титр раствора гидроокиси 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.

Титр раствора гидроокиси натрия ( $T$ ), выраженный в г/мл фосфора, 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 гидроокиси натрия, взятый с избытком для растворения осадка фосфорномолибденовокислого аммония, мл;

$V_2$  — объем раствора азотной кислоты, израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия, с учетом объ-



ема, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, мл;

*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 мл, прибавляют 70—80 мл азотной кислоты (1:2) и растворяют при нагревании в течение 5 мин. Добавляют 10 мл соляной кислоты, нагревают до растворения и упаривают раствор до состояния влажных солей. Затем прибавляют 10 мл азотной кислоты и вновь выпаривают раствор до состояния влажных солей. Прибавляют еще 10 мл азотной кислоты, 30 мл 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 вместимостью 250 мл, нагревают его до кипения, добавляют 5—10 мл 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°C, прибавляют 50 мл молибденовой жидкости и встряхивают содержимое колбы в течение 5 мин до выпадения желтого осадка фосфомолибдата аммония. Осадку дают отстояться в течение 3 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр «синяя лента» с добавлением бумажной массы. Колбу, в которой производилось осаждение, 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 мл 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 мл нейтральной воды, 0,2—0,3 мл (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 мл титрованного раствора гидроокиси 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 мл нейтральной воды и 25 мл титрованного раствора гидроокиси 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 гидроокиси натрия, взятый с избытком для растворения осадка фосфорномолибденовокислого аммония, мл;

$V_2$  — объем раствора азотной кислоты, израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия, с учетом объема, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, мл;

$K$  — отношение между титрованными растворами гидроокиси натрия и азотной кислоты, мл;

$T$  — титр раствора гидроокиси натрия, выраженный в г/мл фосфора;

$m$  — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения параллельных определений не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

## СО Д Е Р Ж А Н И Е

ГОСТ 16412.0—80 Порошок железный. Общие требования к методам анализа . . . . .	1
ГОСТ 16412.1—80 Порошок железный. Методы определения железа . . .	3
ГОСТ 16412.2—80 Порошок железный. Методы определения фосфора . . .	8
ГОСТ 16412.3—80 Порошок железный. Методы определения кремния . . .	16
ГОСТ 16412.4—80 Порошок железный. Методы определения марганца . . .	22
ГОСТ 16412.5—80 Порошок железный. Методы определения серы . . .	28
ГОСТ 16412.6—80 Порошок железный. Метод определения кислорода . . .	35
ГОСТ 16412.7—80 Порошок железный. Методы определения углерода . . .	39
ГОСТ 16412.9—80 Порошок железный. Методы спектрального определения кремния и марганца . . . . .	48

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *А. Г. Каширин*  
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 24.06.80 Подп. к печ. 02.09.80 3,25 л. л. 3,35 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1021