

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФАТОВ

ГОСТ 20851.2—75
(ИСО 5316—77, ИСО 6598—85, ИСО 7497—84)

Издание официальное

БЗ 7—95

gost.e-ecolog.ru

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 631.82:546.18.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

Методы определения фосфатов

Mineral fertilizers.
Methods for determination of phosphates

ГОСТ 20851.2—75 (ИСО 5316—77, ИСО 6598—85, ИСО 7497—84)

ОКСТУ 2180

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на минеральные удобрения с массовой долей P_2O_5 от 3 до 55 % и устанавливает методы определения содержания общих усвояемых и водорастворимых фосфатов с предварительным извлечением их из удобрений, а также свободной кислотности.

Допускается применять в части извлечения общих фосфатов смесью соляной и азотной кислот или смесью серной и азотной кислот ИСО 7497—84 (приложение 1), водорастворимых фосфатов — ИСО 5316—77 (приложение 2), в части методов определения фосфатов — ИСО 6598—85 (приложение 3).

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4, 5).

1а. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1а.1. При проведении анализа применяют:
реактивы квалификации чистый для анализа (ч.д.а.);
дистиллированную воду по ГОСТ 6709;
стаканы, колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336;
колбы мерные, цилиндры, мензурки по ГОСТ 1770;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с изменениями

бюретки, пипетки (без делений с одной отметкой) 2-го класса точности; мерные колбы, пипетки и бюретки, применяемые для приготовления и отмеривания анализируемого, образцового или раствора сравнения, при определении массовой доли анализируемых компонентов не ниже 2-го класса точности и поверенные по ГОСТ 8.234; допускается использование стеклянных мер аналогичного типа;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;

набор гирь по ГОСТ 7328;

аппарат ротационный со скоростью вращения (40±5) об/мин или многоместный аппарат для встряхивания (125—200 колебаний в минуту), или магнитную мешалку.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1а.2. Методы извлечения фосфата из удобрений приведены в табл. 1.

Таблица 1

Форма фосфатов	Метод извлечения	Номер раздела, приложения, содержащего метод извлечения		
		настоящего стандарта	ИСО 7497—84	ИСО 5316—77
Общие фосфаты	Раствором соляной (азотной) кислоты	1	—	—
	Смесью соляной и азотной кислот	1б, приложение 1 (разд. 2)	Приложение 1 (разд. 2)	—
	Смесью серной и азотной кислот	1б, приложение 1 (разд. 3)	Приложение 1 (разд. 3)	—
Усвояемые фосфаты	Реактивом Петермана	2	—	—
	Раствором лимонной кислоты	3	—	—
	Раствором трилона Б (ди-Na-ЭДТА)	5	—	—
	Раствором лимонно-кислого аммония с pH 7	5б	—	—
	Раствором муравьиной кислоты	5в	—	—

Продолжение табл. 1

Форма фосфатов	Метод извлечения	Номер раздела, приложения, содержащего метод извлечения		
		настоящего стандарта	ИСО 7497—84	ИСО 5316—77
Водорастворимые фосфаты	Водой	6, приложение 2	—	Приложение 2
Свободная кислота	Водой	6	—	—

Определение свободной кислоты проводят в день приготовления фильтратов.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

1а.3. Методы анализа, применяемые для определения фосфатов, приведены в табл. 2.

Таблица 2

Метод анализа	Пределы массовых долей фосфатов, %	Номер раздела, содержащего метод анализа настоящего стандарта
Гравиметрический магнезиальный	От 3 до 55	7
Дифференциальный фотометрический		8
Объемный (определение свободной кислотности)	От 0,2 до 8,0	10
Гравиметрический хинолино-молибденовый		11
Титриметрический хинолино-молибденовый	От 3 до 55	12

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1а.4. Отбор и подготовка проб

Пробу отбирают в соответствии с ГОСТ 21560.0 и нормативными документами на конкретный продукт.

Механическим делителем или вручную методом последовательного квартования массу пробы сокращают до 30—50 г, растирают на

механическом истирателе или в ступке и просеивают через сито с квадратными (или круглыми) отверстиями размером 0,5 мм. Комочки, не прошедшие через сито, растирают до полного просева.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1б. ИЗВЛЕЧЕНИЕ ОБЩИХ ФОСФАТОВ СМЕСЬЮ КИСЛОТ

1б.1. Извлечение общих фосфатов смесью соляной и азотной кислот

Метод основан на растворении пробы в смеси азотной и соляной кислот при температуре кипения.

1б, 1б.1. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

1б.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,40 г/см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,15—1,19 г/см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1б.3. Проведение извлечения

2 г пробы, подготовленной по п. 1а.4, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в стакан вместимостью 250 см^3 и добавляют 15 см^3 раствора азотной кислоты и 5 см^3 раствора соляной кислоты. Содержимое стакана нагревают до кипения и кипятят под часовым стеклом до полного растворения пробы, затем доливают до объема 50 см^3 водой и кипятят в течение 5 мин. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, охлаждают, доливают водой до отметки, тщательно перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в сухую посуду, отбрасывают первую порцию фильтрата.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1б.4. Извлечение фосфатов, растворимых в минеральных кислотах, — см. приложение 1.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

1. ИЗВЛЕЧЕНИЕ ОБЩИХ ФОСФАТОВ РАСТВОРОМ СОЛЯНОЙ (АЗОТНОЙ) КИСЛОТЫ

1.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной или азотной кислоте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 20 % или кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:2.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

1.3. Проведение извлечения

1,0 г удобрения взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в стакан или коническую колбу вместимостью 250—300 $см^3$, смачивают 5—10 $см^3$ воды и добавляют 30 $см^3$ кислоты и воды до объема 50 $см^3$. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают сначала медленно, а затем доводят до кипения и медленно кипятят 30 мин, для перевода полифосфатов в ортофосфаты — 60 мин, время от времени перемешивая стеклянной палочкой, добавляя воду по мере упаривания раствора до объема примерно 50 $см^3$.

После кипячения раствор разбавляют водой вдвое и переносят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 250 или 500 $см^3$, тщательно обмывая стенки водой. После охлаждения до комнатной температуры объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ИЗВЛЕЧЕНИЕ УСВОЯЕМЫХ ФОСФАТОВ РЕАКТИВОМ ПЕТЕРМАНА

2.1. Сущность метода

Метод основан на двухступенчатой экстракции фосфатов водой и реактивом Петермана с последующей фильтрацией нерастворимых веществ.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Штохмана или мерная колба вместимостью 250 $см^3$.

Колба мерная вместимостью 250, 500 $см^3$.

Бутыль вместимостью 10 $дм^3$.

Стакан вместимостью 400 $см^3$.

Колба коническая вместимостью 250 $см^3$.

Баня водяная или шкаф сушильный, или ультратермостат.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации $c\ (1/2H_2SO_4)$=0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c\ (NaOH)$=0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.).

Метиловый оранжевый (индикатор).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 20 %.

Кислота лимонная, кристаллическая по ГОСТ 3652.

Реактив Петермана — цитрат аммония, содержащий 42 г аммиачного азота и 173 г лимонной кислоты в 1 дм³ раствора, готовят следующим образом: готовят раствор аммиака с массовой долей примерно 12 %. Для определения в нем содержания азота отбирают 10 см³ раствора аммиака в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до отметки и перемешивают. Из колбы отбирают 25 см³ раствора аммиака, переносят в коническую колбу и титруют раствором серной кислоты в присутствии метилового оранжевого до появления розовой окраски.

Объем аммиака (X), необходимый для приготовления 10 дм³ реактива Петермана, в кубических сантиметрах вычисляют по формуле

$$X = \frac{42 \cdot 10 \cdot 25 \cdot 10}{V \cdot 0{,}0014 \cdot 500} = \frac{150000}{V},$$

где V — объем раствора серной кислоты концентрации точно c (1/2 H_2SO_4)=0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование, см³;

42 — масса аммиачного азота в 1 дм³ реактива Петермана, г;

0,0014 — масса аммиачного азота, соответствующая 1 см³ раствора серной кислоты концентрации точно c (1/2 H_2SO_4)=0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г.

Затем предварительно готовят раствор лимонной кислоты следующим образом: 2 г лимонной кислоты растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 250 см³, затем отбирают 25 см³ раствора лимонной кислоты в коническую колбу вместимостью 250 см³ и титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии метилового оранжевого до появления желтой окраски. Температура раствора при титровании должна быть от 60 до 70 °С.

Количество лимонной кислоты, необходимое для приготовления 10 дм³ реактива Петермана, в граммах (X_1) вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{158{,}17 \cdot 10 \cdot 25 \cdot m}{V_1 \cdot 0{,}0064 \cdot 250} = \frac{158{,}17 \cdot m}{0{,}0064 \cdot V_1},$$

где m — масса навески лимонной кислоты, г;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно

c (NaOH)=0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование, см³;

158,17 — масса безводной лимонной кислоты, содержащаяся в 173 г кристаллической кислоты, г;

0,0064 — масса безводной лимонной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH)=0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г.

Вычисленный объем раствора аммиака наливают в бутыль вместимостью 10 дм³. Вычисленное количество лимонной кислоты разбавляют примерно 3 дм³ воды, затем медленно через воронку вливают в раствор аммиака, перемешивая. Бутыль с раствором все время охлаждают. Воронку промывают водой, собирая промывную воду в бутыль. Раствор доливают водой до 10 дм³, перемешивают, фильтруют и оставляют на 2 сут. Плотность полученного раствора должна быть 1,082—1,083 г/см³.

Примечание. В зависимости от количества анализируемых проб допускается объем приготовленного раствора увеличивать или уменьшать, соответственно пропорционально увеличив или уменьшив объем используемых реактивов.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

2.3. Проведение извлечения

2 г пробы, приготовленной по п. 1а.4, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в колбу Штохмана (или мерную колбу) вместимостью 250 см³, добавляют 100 см³ воды и сразу же перемешивают, чтобы избежать образования комков. Колбу закрывают пробкой, помещают в ротационный аппарат и перемешивают в течение 1 ч. Раствор фильтруют через плотный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 500 см³, промывая колбу водой. Фильтр с осадком переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 100 см³ реактива Петермана и нагревают на водяной бане, в сушильном шкафу или ультратермостате при температуре (65±2) °С в течение 1 ч при постоянном перемешивании.

После охлаждения содержимое конической колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, содержащую фильтрат после водной экстракции. Собранные в колбе растворы доливают водой до метки, перемешивают и сразу же фильтруют через сухой фильтр в сухую посуду, отбрасывая первые 30—50 см³ фильтрата.

Примечания:

1. При отсутствии ротационного аппарата допускается применять магнитную мешалку. При этом взвешенную пробу помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и добавляют 100 см^3 воды. Стакан накрывают часовым стеклом и перемешивают раствор на магнитной мешалке в течение 1 ч. Раствор фильтруют через плотный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 500 см^3, смывая стенки стакана водой. Далее анализ проводят как указано выше.

2. Для суперфосфатов допускается проводить извлечение следующим образом: 2,0—2,5 г удобрения взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в фарфоровую ступку диаметром 6—10 см, растирают пестиком, обливают 25 см^3 воды и продолжают растирать. Затем дают жидкости отстояться и, не перенося остатка, сливают ее на фильтр «белая лента», собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 см^3, в которую предварительно наливают 10 см^3 соляной кислоты.

Остаток обрабатывают водой еще три раза, прибавляя по 20—25 см^3 воды, и каждый раз растирают его в ступке. Затем остаток переносят на фильтр и промывают водой до тех пор, пока объем фильтрата в колбе не будет составлять 200—230 см^3. Раствор разбавляют водой до метки и перемешивают (раствор А). Фильтр с остатком переносят в другую мерную колбу вместимостью 250 см^3, приливают 100 см^3 раствора Петермана, встряхивают до разрушения фильтра на волокна и погружают в водяной термостат, отрегулированный на температуру (65±2) °С. Через 15 мин после погружения в термостат содержимое колбы встряхивают и оставляют в термостате еще на 15 мин, после этого колбу вынимают из термостата и охлаждают до комнатной температуры.

Раствор разбавляют водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата (раствор Б).

При определении содержания усвояемых фосфатов растворы А и Б отбирают в равных количествах. Для определения водорастворимых фосфатов используют только раствор А.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ИЗВЛЕЧЕНИЕ УСВОЯЕМЫХ ФОСФАТОВ ЛИМОННОЙ КИСЛОТОЙ

3.1. Сущность метода

Метод основан на извлечении фосфатов раствором лимонной кислоты.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппарат ротационный, скорость вращения 45 об/мин или магнитная мешалка.

Колба Штохмана или мерная колба вместимостью 250 см^3.

Колба мерная вместимостью 250, 500 см^3.

Стакан вместимостью 400 см^3.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор с массовой долей 2 %.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3. Проведение извлечения

2 г пробы, приготовленной по п. 1а.4, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в колбу Штохмана (или мерную колбу) вместимостью 250 или 500 см^3. Пробу заливают 200 см^3 раствора лимонной кислоты и сразу же перемешивают, чтобы избежать образования комков. Колбу закрывают пробкой, устанавливают в ротационный аппарат и перемешивают в течение 30 мин.

По истечении этого времени доливают содержимое колбы раствором лимонной кислоты до отметки, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в сухую посуду, отбрасывая первые 30—50 см^3 фильтрата. Допускается доводить до отметки водой.

Примечание. При отсутствии ротационного аппарата применяют магнитную мешалку. Пробу помещают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 200 см^3 раствора лимонной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и перемешивают на магнитной мешалке в течение 30 мин. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 или 500 см^3 и доливают раствор лимонной кислоты до отметки, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в сухую посуду, отбрасывая первые 30—50 см^3 фильтрата.

Допускается доводить до отметки водой.

При испытании удобрений, содержащих растворимые в лимонной кислоте силикаты, полученный прозрачный раствор испытуемой пробы обрабатывают следующим образом: 100 см^3 прозрачного раствора испытуемой пробы отбирают пипеткой в стакан, добавляя 5 см^3 раствора соляной кислоты и на водяной бане упаривают до сиропообразной массы. К остатку прибавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты, растворяют, разбавляют горячей водой и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. После охлаждения доводят объем до метки водой температурой около 20 °С, перемешивают и фильтруют. Фильтрат должен быть прозрачным.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Разд. 4. **(Исключен, Изм. № 1).**

5. ИЗВЛЕЧЕНИЕ УСВОЯЕМЫХ ФОСФАТОВ РАСТВОРОМ ТРИЛОНА Б

5.1а. Сущность метода

Метод основан на извлечении усвояемых фосфатов трилоном Б.

5.1. Растворы и реактивы

Соль динатриевая этилендиамин-*N*, *N*, *N′*, *N′* — тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации $c = 0{,}2$ моль/дм^3 (0,4 н.); готовят следующим образом: 74,40 г трилона Б растворяют в 700—800 см^3 воды, нагретой до температуры 60—70 °С, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки водой, перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента».

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Проведение извлечения

1 г пробы, приготовленной по п. 1а.4, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую или мерную колбу через сухую воронку, смывая навеску раствором трилона Б, предварительно нагретого в стакане до температуры (93±3) °С, в количестве, указанном в табл. 3, затем встряхивают на механическом встряхивателе или магнитной мешалке при соблюдении требований, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Наименование удобрений	Разбавление, г/см^3	Объем раствора трилона Б, см^3	Условия анализа
Удобрения типа РК, NPK, NP	1/500 1/250	150 см^3	Встряхивают 15 мин с раствором трилона Б, предварительно нагретым до температуры (93±3) °С
Простой суперфосфат, двойной суперфосфат	1/500	200 см^3	Встряхивают 15 мин с раствором трилона Б, предварительно нагретым до температуры (93±3) °С

После охлаждения содержимое конической колбы количественно переносят в мерную колбу. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают, фильтруют через фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Допускается извлекать усвояемые фосфаты из удобрений типа NPK, полученных на основе фосфатного сырья, не содержащего магния, раствором трилона Б концентрации c (ди-Na-ЭДТА)=0,05 моль/дм^3 следующим образом: 2 г пробы помещают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 100 см^3 воды, накрывают часовым стеклом и перемешивают в течение 15 мин. Затем раствор сразу же после осаждения осадка декантируют в мерную колбу вместимостью 250 или 500 см^3. В стакан с осадком доливают 100 см^3 раствора трилона Б, предварительно нагретого до 60 °С, и перемешивают содержимое стакана в течение 10 мин. Затем раствор вместе с осадком переносят количественно в ту же колбу, доливают водой до метки, перемешивают и сразу фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Разд. 5а. **(Исключен, Изм. № 3).**

5б. Извлечение усвояемых фосфатов раствором лимоннокислого аммония с pH 7

5б.1. Сущность метода

Метод основан на извлечении фосфатов раствором лимоннокислого аммония с pH 7.

5б.2. Аппаратура, реактивы и растворы

pH-метр.

Ступка фарфоровая № 3—4 по ГОСТ 9147.

Пестик фарфоровый по ГОСТ 9147.

Баня водяная.

Термостат.

Колбы мерные вместимостью 100 и 250 см^3.

Склянки вместимостью 10 дм^3.

Капельная воронка вместимостью 2 дм^3.

Бюретка вместимостью 10 см^3.

Бумага фильтровальная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 % и раствор концентрации c (NH_3)=2 моль/дм^3 (2 н.).

Бумага лакмусовая.

Феноловый красный (индикатор).

Кислота лимонная моногидрат по ГОСТ 3652, растворы с массовыми долями 10 и 50 %.

Аммоний лимоннокислый, раствор с pH 7,0, содержащий 1850 г лимонной кислоты и 450 г аммиака в 10 $дм^3$; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 10 $дм^3$ наливают от 2 до 3 $дм^3$ воды и раствор аммиака с массовой долей 25 % в объеме, определенном титрованием. Затем, охлаждая, приливают раствор лимонной кислоты с массовой долей 50 % в объеме, соответствующем 1850 г лимонной кислоты, через цилиндрическую капельную воронку, герметично соединенную со склянкой. После охлаждения нейтрализуют раствором аммиака концентрации 2 моль/$дм^3$ или раствором лимонной кислоты с массовой долей 10 % по лакмусовой бумаге, объем раствора доливают водой с температурой около 20 °С до отметки и на pH-метре устанавливают pH 7±0,1. Плотность раствора должна составлять 1,09 г/$см^3$. Установление pH колориметрическим методом в присутствии фенолового красного: 10 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония переводят в пробирку и прибавляют 2 капли фенолового красного. Окраску полученного раствора визуально сравнивают с окраской раствора сравнения с pH 7,0, содержащего тот же объем индикатора. К раствору лимоннокислого аммония из бюретки прибавляют по каплям раствор аммиака концентрации 2 моль/$дм^3$ или раствор лимонной кислоты с массовой долей 10 % до получения одинаковой окраски в обоих растворах. Объем раствора, необходимый для нейтрализации всего раствора, вычисляют из израсходованного объема раствора аммиака или раствора лимонной кислоты.

После добавления вычисленного объема раствора аммиака или лимонной кислоты и перемешивания проверяют значение pH раствора лимоннокислого аммония и при необходимости добавляют раствор аммиака концентрации 2 моль/$дм^3$ или раствор лимонной кислоты с массовой долей 10 %. Раствор хранят в плотно закрывающейся бутыли, а pH раствора проверяют каждые 10 дней.

Примечание. В зависимости от количества анализируемых проб допускается объем приготовляемого раствора увеличивать или уменьшать, соответственно пропорционально увеличив или уменьшив количества анализируемых реактивов. Допускается рассчитывать количество лимонной кислоты и аммиака по методике, описанной в п. 2.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

5б.3. Проведение извлечения

2 г пробы, приготовленной по п. 1а.4, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), растирают пестиком в ступке с 10 см³ раствора лимоннокислого аммония, переливают в склянку тем же раствором. Для растирания и перелива пробы должно быть израсходовано 100 см³ раствора лимоннокислого аммония.

Закрывают склянку с раствором, взбалтывают в течение 3 ч в ротационном аппарате со скоростью 45 об/мин, а затем дают отстояться на водяной бане или термостате с температурой (65±2) °С в течение 1 ч. После охлаждения содержимое колбы доливают водой до 250 см³, перемешивают и фильтруют через сухую фильтровальную бумагу в сухой стакан, отбрасывая первые 30—50 см³ фильтрата. Фильтрат должен быть прозрачным.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5в. **Извлечение усвояемых фосфатов муравьиной кислотой**

5в.1. Сущность метода

Метод основан на извлечении усвояемых фосфатов раствором муравьиной кислоты.

5в.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Штохмана или мерная колба вместимостью 250 см³.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848, раствор с массовой долей 2 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

5в.3. Проведение извлечения

0,8 г пробы, приготовленной по п. 1а.4, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в колбу Штохмана или мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают раствором муравьиной кислоты до отметки, помещают на ротационный аппарат и перемешивают в течение 60 мин. После этого немедленно фильтруют через сухой фильтр в сухую посуду.

Примечание. При отсутствии ротационного аппарата допускается применять магнитную мешалку. Пробу помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 250 см³ раствора муравьиной кислоты, перемешивают на магнитной мешалке в течение 60 мин. После этого раствор сразу фильтруют через сухой фильтр в сухую посуду.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6. ИЗВЛЕЧЕНИЕ ВОДОРАСТВОРИМЫХ ФОСФАТОВ И СВОБОДНОЙ КИСЛОТЫ

6.1. Извлечение водорастворимых фосфатов и свободной кислоты водой

Метод основан на извлечении водорастворимых фосфатов и свободных кислот водой.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

6.1а. Извлечение водорастворимых фосфатов водой — см. приложение 2.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

6.2. **(Исключен, Изм. № 2).**

6.3. Проведение извлечения

2 г пробы (4—5 г пробы при определении водорастворимых фосфатов и свободной кислоты), приготовленной по п. 1а.4, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и переносят в колбу Штохмана (или мерную колбу) вместимостью 250 $см^3$ (допускается применять мерную колбу вместимостью 500 $см^3$). Пробу заливают 200 $см^3$ (400 $см^3$ соответственно взятой навески пробы 4—5 г) воды и сразу же перемешивают, чтобы избежать образования комков. Колбу закрывают пробкой, устанавливают на аппарат для встряхивания и встряхивают 30 мин. По истечении этого времени содержимое колбы доводят водой до отметки и тщательно встряхивают в течение нескольких минут. Затем раствор сразу же после осаждения осадка фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в сухую посуду.

Примечание. При отсутствии ротационного аппарата применяют магнитную мешалку или другой аппарат для перемешивания. Пробу помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, добавляют 200 (400) $см^3$ воды, накрывают часовым стеклом и перемешивают на магнитной мешалке в течение 30 мин. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 (500) $см^3$, доливают водой до отметки и тщательно встряхивают в течение нескольких минут. Затем раствор сразу же после осаждения осадка фильтруют через сухой фильтр в сухую посуду.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФАТОВ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МАГНЕЗИАЛЬНЫМ МЕТОДОМ

7.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении фосфат-иона магнезиальной смесью в виде магний-аммоний фосфата, озолении осадка при температуре от 700 до 800 °С с переходом в пирофосфат магния, прокаливании пирофосфата магния при температуре от 1000 до 1050 °С и взвешивании.

7.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь камерная для аналитических работ типа СНОЛ-1,6.2,5.1,0.11,0.

Тигель фарфоровый № 3 или 4 по ГОСТ 9147.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовыми долями 2,5; 10 и 25 %.

Хлористый аммоний по ГОСТ 3773.

Магний хлористый по ГОСТ 4209.

Аммоний лимоннокислый по нормативному документу, раствор с массовой долей 50 %, готовят следующим образом: 500 г лимонной кислоты растворяют в 600 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25 % (раствор должен быть нейтральным по метиловому оранжевому) в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до отметки, перемешивают и фильтруют.

Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей 1 %.

Смесь магнезиальная, готовят следующим образом: 70 г хлористого аммония и 55 г хлористого магния растворяют в 650 $см^3$ воды в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$, доливают до отметки раствором аммиака с массовой долей 25 % плотностью 0,91 $г/см^3$, перемешивают и на следующие сутки фильтруют, хранят в полиэтиленовой посуде.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

7.3. Проведение анализа

В стакан вместимостью 400 $см^3$ отбирают объем анализируемого раствора, приготовленного по разд. 1—3, 5б, 5в, 6, содержащий от 60 до 100 мг P_2O_5. К растворам, приготовленным по разд. 2, 3, 5б, 5в, 6, добавляют 20 $см^3$ соляной кислоты и кипятят в течение 15—20 мин, после чего охлаждают. Далее к анализируемым растворам добавляют 10 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % в присутствии фенолфталеина. Затем

медленно доливают, перемешивая, 35—50 см³ магнезиальной смеси, а по истечении 10—15 мин доливают 20 см³ раствора аммиака с массовой долей 25 %. Содержимое стакана продолжают перемешивать еще в течение 30 мин, а затем выдерживают 30—40 мин или оставляют в покое в течение 4—18 ч. Отстоявшуюся жидкость декантируют на фильтр «синяя лента», осадок количественно переносят на фильтр, смывая его из стакана порциями по 8—10 см³ раствора аммиака с массовой долей 2,5 %. Кристаллы, прилипшие к стенкам и дну стакана, тщательно снимают стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза раствором аммиака с массовой долей 2,5 %. Общее количество промывных вод должно составлять от 100 до 125 см³.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы тигель, высушивают, озоляют при доступе воздуха при температуре 700—800 °С и прокаливают в печи при температуре 1000—1050 °С до побеления осадка (20—30 мин). Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе в течение 40—60 мин и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов в двух параллельных определениях, но без анализируемого раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

7.4. Обработка результатов

7.4.1. Массовую долю фосфатов (X_2) в пересчете на P_2O_5 в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}638 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 63{,}800 \cdot V_2}{m \cdot V_3},$$

где m — масса навески анализируемой пробы, г;

m_1 — масса прокаленного осадка анализируемого раствора, г;

m_2 — масса прокаленного осадка контрольного раствора, г;

V_2 — объем мерной колбы, применяемой при извлечении фосфатов, см³;

V_3 — объем анализируемого раствора, отобранный для анализа, см³;

0,638 — коэффициент пересчета пирофосфата магния на пятиокись фосфора ($Mg_2P_2O_7$ на P_2O_5).

7.4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать: при массовой доле от 3 до 10 % P_2O_5 — 0,2 %; при массовой доле свыше 10 до 40 % P_2O_5 — 0,3 %; при массовой доле свыше 40 до 55 % P_2O_5 — 0,4 %.

Допускается при разработке стандартов на конкретный продукт уточнение метрологических характеристик.

7.4—7.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФАТОВ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫМ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

8.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желто-окрашенного фосфорнованадиевомолибденового комплекса и фотометрическом измерении оптической плотности этого комплекса при длине волны λ = 430—450 нм относительно раствора сравнения, содержащего известное количество P_2O_5.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

8.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр с монохроматором или фильтром с фотоэлектрическим элементом с кюветами с толщиной поглощающего свет слоя раствора не менее 10 мм.

Фотоэлектроколориметры типа КФК (λ = 440 нм) и ФЭК-56 М (светофильтр № 4) или другой аналогичный прибор.

Шкаф сушильный ШС-40 М или аналогичный с погрешностью регулирования температуры не более ±2,5 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем.

Бюкса СН диаметром 32—58 мм и высотой 50 мм по ГОСТ 25336.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,4 г/см^3 и разбавленная 1:2.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 20 %.

Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

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

Калий фосфорнокислый, однозамещенный по ГОСТ 4198, х.ч.

Раствор, содержащий 4 мг P_2O_5 в 1 см^3, готовят следующим образом: 8—9 г однозамещенного фосфорнокислого калия помещают в

бюксу и сушат в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С в течение 2 ч, затем охлаждают в эксикаторе в течение 40—60 мин.

7,6696 г высушенного однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в воде с 5 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,4 $г/см^3$, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой при температуре 20 °С до метки и тщательно перемешивают.

Рабочий раствор, содержащий 0,2 мг P_2O_5 в 1 $см^3$, готовят следующим образом: 50 $см^3$ раствора однозамещенного фосфорнокислого калия, содержащего 4 мг P_2O_5 в 1 $см^3$, отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доливают до метки водой при температуре около 20 °С. Раствор устойчив не более 7 дней.

Смесь ванадиевомолибденовая, готовят следующим образом:

раствор А — азотная кислота по ГОСТ 4461, разбавленная 1:2;

раствор Б — аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, раствор с массовой долей 0,25 %, готовят следующим образом: 2,5 г мета ванадиевокислого аммония растворяют в 500 $см^3$ горячей воды температурой 60—90 °С, добавляют 20 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,4 $г/см^3$, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и, если необходимо, фильтруют;

раствор В — аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %, готовят следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония растворяют в 500 $см^3$ воды при температуре 50 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, охлаждают, доливают водой до метки и, если необходимо, фильтруют;

раствор Г готовят следующим образом: смешивают равные объемы растворов А, Б и В в указанной последовательности и фильтруют. Раствор хранят в бутыли из темного стекла в холодном месте (допускается при комнатной температуре).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

8.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью 100 $см^3$ вводят поочередно отмеренные объемы рабочих растворов в соответствии с табл. 4 в зависимости от концентрации P_2O_5 в анализируемом растворе так, чтобы эта концентрация находилась в пределах между наименьшей и наибольшей концентрациями P_2O_5 в рабочих растворах.

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Объем рабочего раствора KH_2PO_4, $см^3$	Масса P_2O_5 в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$, мг
1	5,0	1,0
2	7,5	1,5
3	10,0	2,0
4	12,5	2,5
5	15,0	3,0
6	17,5	3,5
7	20,0	4,0
8	22,5	4,5
9	25,0	5,0
10	27,5	5,5

Разбавляют водой до объема примерно 30 $см^3$. После этого приливают 40 $см^3$ раствора Г (допускается приливать 25 $см^3$ раствора Г). Растворы доливают водой до метки при температуре 20 °С (допускается при комнатной температуре) и перемешивают.

Через 15 мин (но не более чем через 60 мин) измеряют оптические плотности или величины светопропускания окрашенных рабочих растворов относительно раствора сравнения с наименьшим количеством P_2O_5. Допускается величины светопропускания пересчитывать на значение оптических плотностей.

Рабочие растворы готовят одновременно с приготовлением анализируемого раствора, причем оптическую плотность рабочих растворов измеряют в начале и в конце анализа, определяют среднее арифметическое значение и строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию P_2O_5 в 100 $см^3$ раствора в миллиграммах, а на оси ординат соответствующие им значения оптической плотности.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

8.4. Проведение анализа

8.4.1. 25 $см^3$ анализируемого раствора, полученного по разд. 1—6, отбирают пипеткой в стакан вместимостью 200—400 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ соляной кислоты, кипятят 15—20 мин, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до отметки при температуре около 20 °С и перемешивают.

При анализе раствора, приготовленного по пп. 1.3, 1б.3, прило-

жению 1, определении орто-формы P_2O_5, операции добавления соляной кислоты и кипячения исключаются.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

8.4.2. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят такой объем анализируемого раствора, приготовленного по п. 8.4.1, который содержит P_2O_5 в пределах построенной градуировочной кривой и далее анализируют по п. 8.3.

Допускается проводить анализ следующим образом. Отбирают анализируемый раствор, полученный по разд. 1—6, в объемах, которые содержат P_2O_5 в пределах градуировочного графика, и помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. К растворам, приготовленным по разд. 2—6, добавляют 2 $см^3$ соляной кислоты и 5—10 $см^3$ воды, кипятят 10 мин, охлаждают и разбавляют водой примерно до 30 $см^3$. Затем прибавляют 25 $см^3$ реактива на фосфаты, доливают водой до метки, перемешивают и далее анализируют по п. 8.3.

При анализе раствора, приготовленного по пп. 1.3, 1б.3, приложению 1, определении орто-формы P_2O_5, операции добавления соляной кислоты и кипячения исключаются.

При применении расчетного способа анализируемый раствор фотометрируют одновременно с двумя растворами сравнения, наиболее близкими к нему по оптическим плотностям (один — с большей, второй — с меньшей оптической плотностью, чем у анализируемого раствора) и отличающимися друг от друга по массе фосфатов не более чем на 0,5 мг P_2O_5 относительно раствора сравнения, содержащего 1 мг P_2O_5 в 100 $см^3$.

Примечание. Если при анализе раствора, приготовленного по п. 1.3, отбирают анализируемый раствор в объеме более 5 $см^3$, то добавляют 1—2 капли фенолфталеина, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, приливают раствор соляной кислоты до исчезновения мути (около 0,5 $см^3$) и затем еще две капли избытка кислоты. При анализе раствора, приготовленного по п. 2.3, отбирают не более 5 $см^3$ анализируемого раствора. При анализе раствора, приготовленного по п. 2.3 (примечание 2) и по п. 5б.3, отбирают не более 2 $см^3$ анализируемого раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

8.5. Обработка результатов

8.5.1. Массовую долю фосфатов в пересчете на P_2O_5 (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25 \cdot V_4 \cdot 1000} = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 0{,}4}{m \cdot V_4}$$

или

$$X_3' = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_4' \cdot 1000} = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 0{,}1}{m \cdot V_4'},$$

где m_1 — масса фосфатов (P_2O_5) в анализируемой пробе, определенная по градуировочному графику или по формуле, мг,

$$m_1 = 0{,}2 \cdot V_1' + 0{,}2\,(V_2' - V_1') \cdot \frac{D - D_1}{D_2 - D_1};$$

m — масса навески анализируемой пробы, г;

V_2 — объем мерной колбы, применяемый при извлечении по разд. 1—6, $см^3$;

V_4 — объем анализируемого раствора, отобранный по п. 8.4.2, $см^3$;

V_4' — объем анализируемого раствора, $см^3$;

0,2 — массовая доля P_2O_5 в рабочем растворе фосфорнокислого калия, $мг/см^3$;

V_1' и V_2' — объемы рабочего раствора фосфорнокислого калия, взятые для приготовления растворов сравнения, $см^3$;

D — оптическая плотность анализируемого раствора;

D_1 и D_2 — оптические плотности растворов сравнения объемом V_1 и V_2 соответственно.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

8.5.2. За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности P=0,95 не должно превышать:

при массовой доле P_2O_5 от 3 до 10 % — 0,2 %;

при массовой доле P_2O_5 свыше 10 до 50 % — 0,4 %;

при массовой доле P_2O_5 свыше 50 % — 0,5 %.

При разработке стандартов на конкретный продукт допускается уточнение метрологических характеристик.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 9. **(Исключен, Изм. № 1).**

10. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОЙ КИСЛОТНОСТИ (ОБЪЕМНЫЙ)

10а. Сущность метода

Метод основан на извлечении свободной кислоты водой.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

10.1. Применяемые приборы, реактивы и растворы

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH)=0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Спирт этиловый синтетический ректификованный.

Диметиловый желтый (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 % или метиловый оранжевый (индикатор), водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Вода дистиллированная pH 5,9—6,5.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

10.2. Проведение анализа

25—50 см^3 фильтрата, полученного по п. 6.3., переносят в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3 и титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии 3—5 капель диметилового желтого до перехода окраски в оранжевую или в присутствии 3—5 капель метилового оранжевого до перехода окраски в желтый цвет.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

10.3. Обработка результатов

10.3.1. Массовую долю свободной кислоты в пересчете на H_3PO_4 (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V_6 \cdot 0{,}0098 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_5},$$

где V_6 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH)=0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование, см^3;

V_5 — объем анализируемого раствора, см^3;

V_2 — общий объем раствора, полученный по п. 6.3, см^3;

m — масса навески удобрения, г;

0,0098 — масса H_3PO_4, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH)=0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), г.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

10.3.2. За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать:

при массовой доле H_3PO_4 от 0,3 до 1,0 % — 0,07 %;

при массовой доле H_3PO_4 свыше 1,0 до 2,8 % — 0,15 %;

при массовой доле H_3PO_4 свыше 2,8 до 14,0 % — 0,25 %.

При разработке стандартов на конкретный продукт допускается уточнение метрологических характеристик.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФАТОВ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ ХИНОЛИНОМОЛИБДЕНОВЫМ МЕТОДОМ

11.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении фосфатов в виде фосформолибдата хинолина в водно-ацетоновом растворе, фильтровании, высушивании при 250 °С и взвешивании осадка.

11.2. Реактивы и растворы

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336, типа ТФ ПОР 16 и тигель *G*-4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,4 г/см^3.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Хинолин.

Реактив молибденовый, готовят из растворов.

Раствор А — готовят следующим образом: 70 г дигидромолибдата натрия растворяют в 150 см^3 воды в стакане вместимостью 400 см^3.

Раствор Б — готовят следующим образом: 60 г моногидрата лимонной кислоты растворяют в 150 см^3 воды в стакане вместимостью 1 дм^3, добавляют осторожно 85 см^3 раствора азотной кислоты, охлаждая.

Раствор В — готовят следующим образом: раствор А постепенно прибавляют к раствору Б при перемешивании.

Раствор Г — готовят следующим образом: 100 см^3 воды наливают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 35 см^3 раствора азотной кислоты, 5 см^3 раствора хинолина и перемешивают. Раствор Г постепенно прибавляют к раствору В, перемешивают и оставляют на 24 ч.

Раствор фильтруют через стеклянный тигель *G*-4 или фильтрую-

щий тигель типа ТФ ПОР 16 (без промывания водой), добавляют 280 $см^3$ ацетона, доводят водой до объема 1 $дм^3$ и тщательно перемешивают.

При помутнении фильтрата необходимо профильтровать раствор вторично через ту же воронку. Раствор хранят в холодном месте. Продолжительность хранения раствора месяц.

11.3. Проведение анализа

В стакан вместимостью 400 $см^3$ отбирают пипеткой такой объем анализируемого раствора, приготовленного по разд. 1—6, чтобы он содержал от 10 до 20 мг P_2O_5. К раствору доливают 5 $см^3$ азотной кислоты (при извлечении фосфата по разд. 2, доливают 10 $см^3$ азотной кислоты), кипятят 5 мин, охлаждают и разбавляют водой до объема около 100 $см^3$. Затем доливают 50 $см^3$ раствора Г, накрывают стакан часовым стеклом и помещают в вытяжной шкаф на плитку, нагретую так, чтобы не более чем через 10 мин раствор нагрелся до температуры кипения, и кипятят раствор в течение 1 мин. Затем раствор быстро охлаждают в течение не более 10 мин и осторожно перемешивают 3—4 круговыми движениями во время охлаждения. Раствор над осадком сливают при помощи вакуума через стеклянный тигель (*G*-4) или фильтрующий тигель типа ТФ ПОР 16, предварительно высушенный до постоянной массы при 250 °С. Осадок промывают путем декантации шестью порциями воды объемом 30 $см^3$ каждая. Оставшийся осадок количественно переносят в стеклянный тигель и промывают четырехкратно водой, обращая внимание на то, чтобы вода каждый раз была полностью удалена.

Стеклянный тигель с осадком сушат при 250 °С до постоянной массы (приблизительно 1 ч), затем охлаждают и взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Одновременно проводят испытание в тех же условиях и с теми же количествами реактивов, но без испытуемой пробы.

11.2, 11.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

11.4. Обработка результатов

11.4.1. Массовую долю фосфатов в пересчете на P_2O_5 (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}032074 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_7} = \frac{m_1 \cdot 3{,}2074 \cdot V_2}{m \cdot V_7},$$

где m — масса навески анализируемой пробы, г;

m_1 — масса высушенного осадка, г;

m_2 — масса высушенного осадка, полученного при контрольном испытании, г;

V_2 — объем мерной колбы, применяемый при извлечении фосфата по разд. 1—6, см³;

V_7 — объем анализируемого раствора, отобранный для анализа, см³;

0,032074 — коэффициент пересчета фосфоромолибдата на P_2O_5.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

11.4.2. За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности P=0,95 не должно превышать:

при массовой доле P_2O_5 от 3 до 10 % — 0,2 %;

при массовой доле P_2O_5 свыше 10 до 55 % — 0,4 %.

Допускается определять фосфаты гравиметрическим хинолинфосформолибденовым методом в соответствии с приложением 3.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 5).

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФАТОВ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ ХИНОЛИНОМОЛИБДЕНОВЫМ МЕТОДОМ

12.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении фосфатов в виде фосформолибдата хинолина, фильтровании осадка, растворении его в избытке титрованного раствора гидроокиси натрия и титровании избытка гидроокиси натрия раствором соляной кислоты в присутствии смешанного индикатора: тимолового синего и фенолфталеина.

12.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl)=0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,4 г/см³.

Реактив молибденовый, приготовленный по п. 11.2.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH)=0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Индикатор смешанный, состоящий из тимолового синего и фенолфталеина, готовят по ГОСТ 4919.1.

Примечание. Поправочный коэффициент раствора гидроокиси натрия и соляной кислоты определяют по смешанному индикатору.

12.3. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 500 см^3 отбирают пипеткой такое количество анализируемого раствора, приготовленного по разд. 1—6, чтобы он содержал от 4 до 50 мг P_2O_5. Раствор разбавляют водой до объема около 100 см^3 (при извлечении фосфата по п. 2.3 к анализируемому раствору доливают 10 см^3 азотной кислоты, кипятят 5 мин, охлаждают и осаждают фосфат в виде фосформолибдата хинолина способом, указанным в п. 11.3).

Раствор с осадком фильтруют методом декантации через плотный фильтр «синяя лента». Затем осадок промывают декантацией поочередно порциями воды объемом 50 см^3 до исчезновения кислой реакции промывных вод в присутствии метилового оранжевого. Затем промывают еще два раза. Во время фильтрования, промывания и дальнейшего проведения анализа необходимо следить за тем, чтобы не высушить осадок. Фильтр с осадком переносят в колбу, в которой был осажден осадок. Затем добавляют не более 10 см^3 воды, помещают колбу на магнитную мешалку и перемешивают до разрушения осадка. Затем из бюретки добавляют 50 см^3 раствора гидроокиси натрия и перемешивают, вращая колбу кругообразными движениями. Осадок должен легко раствориться.

Полное растворение осадка проверяют по отсутствию видимых желтых частиц. Добавляют 1 см^3 раствора смешанного индикатора и оттитровывают избыток раствора гидроокиси натрия раствором соляной кислоты до изменения фиолетового окрашивания раствора последовательно в голубой, а затем в четко желтый цвет.

12.2, 12.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

12.4. Обработка результатов

12.4.1. Массовую долю фосфатов в пересчете на P_2O_5 (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_0 = \frac{(50 - V_0) \cdot 0{,}001366 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_8} = \frac{V_2 \cdot (50 - V_0) \cdot 0{,}1366}{m \cdot V_8},$$

где V_8 — объем анализируемого раствора, см³;

V_0 — объем раствора соляной кислоты концентрации точно c (HCl)=0,5 моль/дм³ (0,5 н.), израсходованный на титрование, см³;

V_2 — объем мерной колбы, применяемый при извлечении фосфатов по разд. 1—6, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

0,001366 — масса фосфатов в пересчете на P_2O_5, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH)=0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

12.4.2. За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать:

при массовой доле P_2O_5 от 3 до 10 % — 0,2 %;

при массовой доле P_2O_5 свыше 10 до 55 % — 0,4 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 13. **(Исключен, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

ИСО 7497—84
УДОБРЕНИЯ. ЭКСТРАКЦИЯ ФОСФАТОВ, РАСТВОРИМЫХ В МИНЕРАЛЬНЫХ КИСЛОТАХ

0. Введение

Методы, описанные в настоящем стандарте, являются эквивалентными методам экстракции фосфатов, растворимых в минеральных кислотах.

1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт определяет два метода экстракции фосфатов, растворимых в минеральных кислотах: путем соляно-азотно-кислого и серно-азотно-кислого разложений.

Эти методы применимы ко всем фосфатным удобрениям и минеральным фосфатам, содержащим небольшое количество органического вещества.

2. Метод А (разложение смесью хлористо-водородной и азотной кислот)

2.1. Сущность метода

Растворение фосфатов, содержащихся в удобрении или в минеральных фосфатах, в смеси соляной и азотной кислот.

2.2. Реактивы

Используют химически чистые реактивы, а также дистиллированную или обессоленную воду эквивалентной чистоты.

Смесь кислот готовят следующим образом: добавляют три объема азотной кислоты (ρ_{20}=1,40 г/см^3) к 1 объему соляной кислоты (ρ_{20}=1,19 г/см^3); хорошо перемешивают, разбавляют водой до четырех объемов и снова перемешивают. Используют свежеприготовленную смесь.

2.3. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, а также:

2.3.1. Измельчитель.

2.3.2. Мерная колба с одной отметкой вместимостью 500 см^3 1-го класса точности.

2.4. Проба для анализа

Лабораторную пробу измельчают до тех пор, пока она не пройдет через сито с размером отверстия 0,5 мм.

2.5. Проведение испытания

2.5.1. *Взятие навески*

Взвешивают 2,5 г пробы для анализа с точностью до 1 мг и переносят навеску в химический стакан вместимостью 400 см^3.

2.5.2. *Экстракция*

Добавляют 50 см^3 смеси кислот (п. 2.2). Покрывают стакан часовым стеклом, доводят полученную смесь до кипения и кипятят в течение 30 мин. Добавляют 100 см^3 воды, доводят до кипения и кипятят в течение 15 мин. Охлаждают до комнатной температуры.

Содержимое стакана переносят в мерную колбу (п. 2.3.2) и разбавляют водой до метки. Осторожно перемешивают и фильтруют раствор через сухой бумажный фильтр, не содержащий фосфатов, отбрасывают первые две порции фильтрата, равные приблизительно 30 см^3.

Примечание. Фильтрат должен быть прозрачным.

3. Метод Б (разложение смесью серной и азотной кислот)

3.1. Сущность

Растворение фосфатов, содержащихся в удобрениях или минеральных фосфатах, в смеси серной и азотной кислот.

3.2. Реактивы

Используют химически чистые реактивы, а также дистиллированную или обессоленную воду эквивалентной чистоты.

3.2.1. Серная кислота (ρ_{20}=1,84 г/см^3).

3.2.2. Азотная кислота (ρ_{20}=1,40 г/см^3).

3.3. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, а также:

3.3.1. Колба Кьельдаля вместимостью не менее 500 см^3 или колба, снабженная обратным холодильником, вместимостью 250 см^3.

3.3.2. Колба мерная с одной отметкой вместимостью 500 см^3.

3.4. Проведение испытания

Взвешивают 2,5 г пробы для анализа с точностью до 1 мг и переносят навеску в колбу Кьельдаля (п. 3.3.1).

3.4.1. *Экстракция*

Добавляют 15 см^3 воды, перемешивают так, чтобы навеска перешла в суспензию. Добавляют 20 см^3 азотной кислоты (п. 3.2.2) и осторожно 30 см^3 серной кислоты (п. 3.2.1).

Когда первоначальная бурная реакция закончится, содержимое колбы медленно доводят до кипения и кипятят в течение 30 мин. Дают остыть и затем осторожно, при перемешивании, добавляют около 100 см^3 воды. Снова доводят до кипения и кипятят 15 мин.

Охлаждают и содержимое количественно переносят в мерную колбу (п. 3.3.2). Разбавляют водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой

сложенный бумажный фильтр, не содержащий фосфатов. Первую порцию фильтрата отбрасывают.

4. Отчет о проведении испытания

Отчет о проведении экстракции для последующего определения содержания фосфатов должен включать следующую информацию о приготовлении испытуемого раствора:

а) всю информацию, необходимую для идентификации пробы;

б) ссылку на используемый метод и номер стандарта;

в) операции, не предусмотренные настоящим стандартом или считающиеся необязательными, а также любые явления, влияющие на результаты определения содержания водорастворимых фосфатов.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

ИСО 5316—77
УДОБРЕНИЯ. ЭКСТРАГИРОВАНИЕ ВОДОРАСТВОРИМЫХ ФОСФАТОВ

1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод экстрагирования водорастворимого пятиоксида фосфора из удобрений.

Метод применим ко всем видам удобрений, для которых требуется определять содержание водорастворимого пятиоксида фосфора.

2. Сущность

Растворение в воде навески пятиоксида фосфора при постоянном перемешивании с помощью роторной мешалки при определенных условиях.

3. Реактивы

Дистиллированная или деионизированная вода эквивалентной чистоты.

4. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также:

4.1. Широкогорлая мерная колба (например, колба Штохмана) вместимостью 500 $см^3$.

4.2. Роторная мешалка со скоростью вращения 35—40 об/мин.

5. Проведение испытания

5.1. Испытуемая часть

Взвешивают с точностью до 0,001 г около 5 г лабораторной пробы и помещают ее в мерную колбу (п. 4.1).

5.2. Экстрагирование

Добавляют 400 $см^3$ воды (разд. 3) комнатной температуры (20—25 °С). Осторожно встряхивают колбу руками для того, чтобы вся навеска смочилась водой и не прилипла к стенкам колбы. Ставят колбу на мешалку (п. 4.2) со скоростью вращения 35—40 об/мин и перемешивают в течение 30 мин.

Добавляют воды до метки, тщательно перемешивают содержимое колбы, встряхивают руками и затем фильтруют через сухую фильтровальную бумагу средней плотности, не содержащую фосфатов. Фильтрат собирают в сухую чистую емкость, свободную от фосфатов. Первые 50 $см^3$ фильтрата отбрасывают.

Приложения 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 4).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Рекомендуемое

ИСО 6598—85
УДОБРЕНИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ ХИНОЛИНФОСФОРМОЛИБДЕНОВЫЙ МЕТОД

1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает гравиметрический метод с использованием хинолинмолибдата для определения фосфора (в пересчете на пентоксид фосфора) в растворе, приготовленном из природных минеральных фосфатов или удобрений.

2. Сущность метода

Осаждение (после предварительного гидролиза, если необходимо) ионов ортофосфатов в виде фосформолибдата хинолина в кислой среде и в присутствии ацетона при температуре около 75 °С.

Фильтрование, промывание, высушивание и взвешивание полученного осадка.

3. Реактивы

Для анализа используют только химически чистые реактивы и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

3.1. Ацетон, ч.

3.2. Натрия молибдат, дигидрат.

3.3. Хинолин, ч., перегнанный.

3.4. Лимонная кислота, моногидрат.

3.5. Азотная кислота ρ_{20}=1,38 г/см^3, раствор с массовой долей 63 %.

Примечание. Если используется кислота другой концентрации, то соответственно пересчитывают объемы добавляемых реактивов.

3.6. Однозамещенный ортофосфат калия, предварительно высушенный при 105 °С.

3.7. Реагент для осаждения, приготовленный следующим образом:

3.7.1. Раствор *А*

Растворяют 70 г дигидрата молибдата натрия (п. 3.2) в 100 см^3 воды в химическом стакане вместимостью 400 см^3.

3.7.2. Раствор *B*

Растворяют 60 г моногидрата лимонной кислоты (п. 3.4) в 100 см³ воды в химическом стакане вместимостью 1000 см³. Добавляют 85 см³ раствора азотной кислоты (п. 3.5).

3.7.3. Раствор *C*

Добавляют раствор *A* к раствору *B* и перемешивают.

3.7.4. Раствор *D*

Смешивают 35 см³ раствора азотной кислоты (п. 3.5) и 100 см³ воды в химическом стакане вместимостью 400 см³ и добавляют 5 см³ хинолина (п. 3.3).

3.7.5. Раствор *E*

Добавляют раствор *D* к раствору *C* и перемешивают. Оставляют на 24 ч. Затем раствор фильтруют через стеклянный фильтр (размер пор от 4 до 16 мкм) и, если необходимо, снова фильтруют до получения прозрачного фильтрата.

Остаток на фильтре не промывают водой. Добавляют к фильтрату 280 см³ чистого ацетона (п. 3.1) и разбавляют водой до объема 1000 см³. Раствор хранят в бутыли, закрытой пробкой, в темном прохладном месте в течение 1 мес.

4. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также:

4.1. Коническая колба с широким горлом вместимостью 500 см³.

4.2. Фильтрующий стеклянный тигель (размер пор от 4 до 16 мкм).

4.3. Печь, в которой поддерживается температура (250±5) °С.

4.4. Беспламенный нагревательный прибор (электроплита).

4.5. Эксикатор, содержащий силикагель.

5. Проведение анализа

5.1. Взятие пробы

Из раствора удобрения, полученного путем извлечения фосфатов по одному из методов, описанных в приложениях 1, 2 настоящего стандарта, берут аликвотную часть, содержащую преимущественно от 10 до 20 мг пентоксида фосфора и не более чем 20 см³ цитратного раствора.

Переносят раствор в коническую колбу (п. 4.1), добавляют 25 см³ раствора азотной кислоты (п. 3.5). Разбавляют водой до объема 100 см³.

5.2. Проведение гидролиза

Если в растворе кроме ортофосфатов присутствуют другие формы фосфатов, тогда проводят гидролиз следующим образом.

Содержимое конической колбы осторожно нагревают до кипения и кипятят до тех пор, пока не закончится гидролиз (обычно в течение 1 ч). Во избежание потерь в результате выплескивания и испарения, что может

привести к уменьшению первоначального объема в два раза, необходимо использовать систему обратного конденсирования. После окончания гидролиза восстанавливают первоначальный объем путем добавления воды.

Примечание. Если фосфор присутствует только в форме ортофосфатов, то гидролиз можно не проводить.

5.3. Осаждение

Осаждение проводят в вытяжном шкафу. Осторожно, без перемешивания, к содержимому колбы добавляют 100 $см^3$ осаждающего реагента (п. 3.7.5, раствор *Е*) из мерного цилиндра. Накрывают колбу часовым стеклом и сразу же помещают на горячую плитку (п. 4.4) (75—80 °С), нагревают в течение 10 мин, доводят до кипения и кипятят в течение 30 с. Затем снимают колбу с плиты и дают остыть в течение 30 мин. Кругообразными движениями перемешивают содержимое колбы 3—4 раза во время охлаждения. Дают осадку осесть.

5.4. Взвешивание тигля

Выдерживают фильтрующий тигель (п. 4.2) в печи (п. 4.3) при температуре (250±5) °С до постоянной массы. Охлаждают в эксикаторе (п. 4.5), содержащем силикагель. Взвешивают тигель с точностью до 0,0001 г.

5.5. Фильтрование и промывание

Раствор над осадком фильтруют при помощи вакуума через фильтрующий тигель (п. 4.2). Осадок промывают путем декантации пятью порциями воды объемом 30 $см^3$ каждая. Оставшийся осадок количественно переносят в фильтрующий тигель. Промывают четырехкратно водой, обращая внимание на то, чтобы вода каждый раз была полностью удалена. Оставляют включенным вакуум-насос до тех пор, пока не профильтруется весь избыток жидкости.

5.6. Высушивание и взвешивание

Внешнюю сторону тигля вытирают фильтровальной бумагой. Высушивают тигель в печи (п. 4.3) при температуре (250±5) °С до постоянной массы в течение 15—30 мин. Охлаждают тигель в эксикаторе (п. 4.5), содержащем силикагель в хорошем состоянии, затем переносят тигель на весы и сразу же взвешивают с точностью до 0,0001 г.

5.7. Проверка реактивов

Для каждой серии определений проводят холостой опыт, используя только реактивы и растворы в тех же объемах, которые использовались для экстракции (цитратный раствор и т.д.).

5.8. Контрольный опыт

Для проверки правильности метода рекомендуется проводить контрольный опыт. Эту проверку проводят, используя аликвотную часть раствора однозамещенного ортофосфата калия, содержащего 10 мг пентоксида фосфора.

6. Обработка результатов

Массовую долю пентоксида фосфора в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{141,95 \cdot m_1 \cdot V_1 \cdot 100}{4425,84 \cdot V_0 \cdot m_0} = \frac{3,207 \cdot V_1 \cdot m_1}{V_0 \cdot m_0},$$

где m_0 — масса навески, г;

m_1 — масса высушенного осадка, г;

V_0 — объем аликвотной части, взятый для анализа раствора, $см^3$;

V_1 — общий объем раствора, $см^3$;

141,95 — относительная молекулярная масса пентоксида фосфора;

4425,84 — удвоенная относительная молекулярная масса фосформолибдата хинолина.

7. Точность

7.1. Повторяемость

Абсолютная величина разности двух результатов (при массе фосформолибдата хинолина равной 350 мг) не должна превышать 2 мг при условии, что использовались для анализа равные объемы одного и того же раствора, анализы проводились при одних и тех же условиях (один и тот же лаборант, одно и то же оборудование, одна и та же лаборатория) через небольшие интервалы времени.

7.2. Воспроизводимость

Абсолютная величина разности двух результатов (при массе фосформолибдата хинолина равной 350 мг) не должна превышать 6 мг при условии, что для анализа использовались равные объемы одного и того же раствора, анализы проводились при различных условиях (разные лаборанты, разная аппаратура, разные лаборатории) и (или) через значительный промежуток времени.

(Введено дополнительно, Изм. № 5).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.М. Борисов, В.Ф. Кармышов, П.М. Зайцев, И.М. Кувшинников, В.А. Фейрабент, А.А. Левшина, Е.А. Савченко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.05.75 № 1373

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. Стандарт предусматривает прямое применение международных стандартов ИСО 5316—77 «Удобрения. Экстрагирование водорастворимых фосфатов», ИСО 6598—85 «Удобрения. Определение содержания фосфора. Гравиметрический хинолинфосформолибденовый метод», ИСО 7497—84 «Удобрения. Экстракция фосфатов, растворимых в минеральных кислотах»

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.234—77	1а.1
ГОСТ 1770—74	1а.1
ГОСТ 2603—79	11.2
ГОСТ 3118—77	16.2; 1.2; 2.2; 7.2; 8.2; 12.2
ГОСТ 3652—69	2.2; 3.2; 5б.2
ГОСТ 3760—79	2.2; 5б.2; 7.2
ГОСТ 3765—78	8.2
ГОСТ 3773—72	7.2
ГОСТ 4198—75	8.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 8.2
ГОСТ 4209—77	7.2

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4328—77	2.2; 8.2; 10.1; 12.2
ГОСТ 4461—77	1б.2; 1.2; 8.2; 11.2; 12.2
ГОСТ 4919.1—77	8.2; 12.2
ГОСТ 5848—73	5в.2
ГОСТ 6709—72	1а.1
ГОСТ 7328—82	1а.1
ГОСТ 9147—80	5б.2; 7.2
ГОСТ 9336—75	8.2
ГОСТ 10652—73	5.1
ГОСТ 21560.0—82	1а.4
ГОСТ 24104—88	1а.1
ГОСТ 25336—82	1а.1; 8.2; 11.2

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.91 № 2294

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, 5, утвержденными в феврале 1980 г., июне 1986 г., декабре 1988 г., декабре 1991 г., феврале 1993 г. (ИУС 3—80, 10—86, 3—89, 5—92, 9—93)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

[illegible] 08.95. Сдано в набор 20.01.97. Подписано в печать 11.02.97.
[illegible] ч.-изд.л. 2,07. Тираж 201 экз. С/Д 2225. Зак. 318.

gost.e-ecolog.ru

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.