УДК 622.346.1:546.185.06 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Методы определения фосфора

Chromium ores and concentrates
Methods for determination of phosphorus

ГОСТ 15848.14—90
(ИСО 6127—81)

ОКСТУ 0741

Срок действия с 01.01.92
до 01.01.2002

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает фотометрические методы определения фосфора (от 0,002 до 0,1 %). Метод определения фосфора по международному стандарту ИСО 6127—81 указан в приложении.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа - по ГОСТ 15848.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ВОССТАНОВЛЕНИЕМ ИОНАМИ ДВУХВАЛЕНТНОГО ЖЕЛЕЗА В ПРИСУТСТВИИ ГИДРОКСИЛАМИНА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ФОСФОРА ОТ 0,01 ДО 0,1 %)

2.1. Метод основан на образовании фосфорно-молибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее ионами двухвалентного железа в присутствии гидрохлорида гидроксиламина до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет.

2.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 1100 °С.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125 и разбавленная 1:9.

Кислота хлорная, плотностью 1,5 г/см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 (кислота хлороводородная) и разбавленная 1:1, 1:100.

Из

gost.e-ecolog.ru

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 (кислота фтороводородная).

Натрий углекислый по ГОСТ 83 (карбонат натрия).

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 (тетраборат натрия), обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий постепенно нагревают до 400 °С и прокаливают при указанной температуре в течение 2 ч.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217 (нитрат калия).

Смесь для сплавления: смешивают 100 г безводного углекислого натрия, 50 г тетраборнокислого натрия, 1 г азотнокислого калия и тщательно растирают в ступке.

Железо карбонильное, ос. ч.

Раствор железа с массовой концентрацией 25 г/дм^3: 25 г карбонильного железа растворяют при нагревании в 100 см^3 соляной кислоты (1:1). После растворения навески приливают 3—5 см^3 пероксида водорода, избыток которого разрушают кипячением. Раствор охлаждают, доливают водой до 1 дм^3 и перемешивают.

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

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456 (хлорид гидроксиламина), раствор с массовой концентрацией 30 г/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765 (24-оксогептамолибдат
(VI) — аммония), перекристаллизованный.

Реактив перекристаллизовывают следующим образом: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см^3 воды при 70—80 °С, приливают аммиак до явного запаха и горячий раствор фильтруют через плотный фильтр в стакан, содержащий 300 см^3 этилового спирта. Раствор охлаждают до комнатной температуры и осадку дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см^3 и высушивают на воздухе.

Раствор молибденовокислого аммония с массовой концентрацией 50 г/дм^3. Раствор следует хранить в кварцевом или полиэтиленовом сосуде.

Аммоний бромистый по ГОСТ 19275 (бромид аммония), раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198 (дигидроортофосфат калия).

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А: 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного при 105—110 °С до постоянной массы, растворяют в 100—150 см^3 воды, переливают в мерную колбу

вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

Раствор Б: 50 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г фосфора.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

2.3. **Проведение анализа**

2.3.1. Масса навески руды или хромового концентрата в зависимости от массовой доли фосфора и количество хлорной кислоты, необходимое для разложения материала, указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	Масса навески пробы, г	Объем хлорной кислоты, см³
До 0,015	1	70
Св. 0,015 до 0,05	0,5	50
» 0,05 » 0,10	0,2	50

Навеску хромовой руды или концентрата помещают в стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой, приливают 5 см³ азотной кислоты и хлорную кислоту согласно табл. 1, накрывают часовым стеклом, нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и еще 10—15 мин. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки и стекло водой и вновь нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и еще 10—15 мин. Эту операцию повторяют до возможно более полного разложения навески пробы.

Основную массу хрома отгоняют в виде хлористого хромила. Для этого отодвигают часовое стекло и осторожно, по каплям, приливают по стенкам стакана соляную кислоту до прекращения выделения бурых паров хлористого хромила; хром при этом восстанавливается до трехвалентного. Стакан накрывают часовым стеклом и продолжают нагревание раствора до полного окисления хрома. Операцию отгонки хлористого хромила продолжают до удаления основной массы хрома. Раствор охлаждают, приливают 100 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, и промывают 8—10 раз горячей соляной кислотой (1:100), затем 2—3 раза горячей водой. Фильтрат и промывную жидкость собирают в стакан вместимостью 400 см³ и сохраняют (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 800—900 °С. Охлажденный осадок смачивают водой, приливают 4—5 капель азотной кислоты и 2—3 см³ фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают досуха и прокаливают при 800—900 °С. Тигель охлаждают и остаток сплав-

ляют с 2 г смеси для сплавления при 1000—1100 °С. Плав выщелачивают при нагревании в 20 см³ азотной кислоты (1:9). Раствор присоединяют к основному раствору, приливают 1 см³ раствора железа, раствор аммиака до появления запаха и нагревают до кипения. Осадку дают отстояться в течение 2—3 мин и отфильтровывают на фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают по 5—6 раз горячим раствором аммиака (1:100).

Осадок смывают горячей водой с фильтра в стакан, в котором проводилось осаждение, фильтр промывают 20—30 см³ соляной кислоты (1:1) и 8—10 раз горячей соляной кислотой (1:100). Раствор выпаривают досуха.

Для отгонки мышьяка приливают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют при нагревании в 25 см³ соляной кислоты (1:1), приливают 10 см³ раствора бромистого аммония и раствор выпаривают досуха. Приливают 15 см³ соляной кислоты и раствор снова выпаривают досуха, приливают 10—12 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей.

Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

2.3.2. В две мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают аликвотные части полученного раствора — 20 см³, приливают по 4 см³ раствора железа, раствор аммиака (1:1) до начала выпадения осадка, который растворяют в соляной кислоте (1:1), приливая ее по каплям, и приливают по 10 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида. Растворы нагревают до кипения, при этом они должны обесцветиться. Если раствор сохраняет желтоватую окраску, приливают 1—2 капли раствора аммиака (1:1) (при появлении мути ее растворяют в 1—2 каплях соляной кислоты (1:1). Растворы охлаждают до комнатной температуры и приливают 11 см³ соляной кислоты (1:1). В одну из мерных колб приливают по каплям при непрерывном перемешивании 8 см³ раствора молибденовокислого аммония.

Растворы перемешивают в течение 1—2 мин, доливают водой до метки и снова перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 825 нм или на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью пропускания 620—640 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор, в который не добавлен раствор молибденовокислого аммония.

По найденному значению оптической плотности раствора с учетом величины контрольного опыта по градуировочному графику находят массу фосфора в граммах.

2.3.3. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ наливают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и

5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004 и 0,00005 г фосфора.

В колбы приливают по 4 см³ раствора железа, 20 см³ воды, раствор аммиака (1:1) до начала выпадения осадка и далее поступают, как указано в п. 2.3.2. При фотометрировании растворов в качестве раствора сравнения применяют воду.

По найденным значениям оптической плотности растворов с учетом величины контрольного опыта и соответствующим им массам фосфора в граммах строят градуировочный график.

2.4. **Обработка результатов**

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

$$X_р = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса фосфора с учетом поправки на значение контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески высушенной хромовой руды или концентрата, соответствующая аликвотной части фотометрируемого раствора, г.

2.4.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,002 до 0,004	0,001
Св. 0,004 » 0,01	0,002
» 0,01 » 0,02	0,003
» 0,02 » 0,04	0,004
» 0,04 » 0,06	0,005
» 0,06 » 0,10	0,006

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ВОССТАНОВЛЕНИЕМ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТОЙ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ФОСФОРА ОТ 0,002 ДО 0,1 %)

3.1. Метод основан на образовании фосфорномолибденовой гетерополикислоты желтого цвета с последующим восстановлением ее аскорбиновой кислотой в присутствии антимонилтартрата калия до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет.

3.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 1100 °С.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота хлорная, плотностью 1,5 г/см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 (кислота хлороводородная) и разбавленная 1:1, 1:100.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 (кислота фтороводородная).

Натрий углекислый по ГОСТ 83 (карбонат натрия).

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 (тетраборат натрия), обезвоженный, как указано в п. 2.2.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217 (нитрат калия).

Смесь для плавления: смешивают 100 г безводного углекислого натрия, 50 г тетраборнокислого натрия, 1 г азотнокислого калия и тщательно растирают в ступке.

Железо карбонильное, ос. ч.

Раствор железа с массовой концентрацией 25 г/дм³. Готовят по п. 2.2.

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

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³, свежеприготовленный.

Калий сурьмяновиннокислый (антимонилтартрат калия), раствор с массовой концентрацией 3 г/дм³.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765 (24-оксогептамолибдат) (VI) аммония), перекристаллизованный. Перекристаллизация реактива по п. 2.2.

Раствор молибденовокислого аммония с массовой концентрацией 7 г/дм³: 1,75 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см³ воды, приливают 21 см³ серной кислоты, охлаждают и доливают водой до 250 см³. Раствор следует хранить в кварцевом или полиэтиленовом сосуде.

Аммоний бромистый по ГОСТ 19275 (бромид аммония), раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198 (дигидроортофосфат калия). Стандартные растворы фосфора А и Б, содержащие соответственно 0,0001 и 0,00001 г фосфора в 1 см³ раствора, готовят, как указано в п. 2.2.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

3.3. **Проведение анализа**

3.3.1. Навеску пробы массой, указанной в табл. 1, проводят через весь ход анализа по п. 2.3.1. Аликвотную часть раствора 20 см³ помещают в колбу вместимостью 100—150 см³, приливают 1 см³ хлорной кислоты и нагревают до выделения густых белых паров. Раствор охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают, приливают 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты и 1 см³

раствора антимонилтартрата калия. Раствор перемешивают после приливания каждого реактива. Через 10—15 мин раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют относительно воды на спектрофотометре при длине волны 880 нм или на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью пропускания 640 - 750 нм.

По найденному значению оптической плотности раствора с учетом контрольного опыта по градуировочному графику находят массу фосфора в граммах.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в колбы вместимостью по 100—150 см³ приливают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003; 0,00004 и 0,00005 г фосфора.

В колбы приливают по 1 см³ хлорной кислоты и выпаривают до густых белых паров. Растворы охлаждают и далее поступают, как указано в п. 3.3.1

По найденным значениям оптической плотности растворов с учетом контрольного опыта и соответствующим им массам фосфора в граммах строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю фосфора ($X_р$) в процентах вычисляют по формуле, приведенной в п. 2.4.1.

3.4.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ХРОМОВЫЕ РУДЫ

Фотометрический метод определения фосфора по восстановленному фосфорномолибденовому комплексу (ИСО 6127—81)

1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт распространяется на фотометрический метод определения содержания фосфора в хромовых рудах по восстановленному комплексу.

Метод применим для продуктов с содержанием фосфора от 0,002 до 0,1 % (*m/m*).

Настоящий международный стандарт должен рассматриваться совместно с ГОСТ 15848.0 (ИСО 6629).

2. Ссылка

ГОСТ 15848.0 (ИСО 6629). Хромовые руды и концентраты. Методы химического анализа. Общие указания

3. Сущность метода

Разложение навески:

а) обработкой азотной и хлорной кислотами или

б) путем сплавления с пероксидом натрия с последующим выщелачиванием плава водой.

Удаление хрома отгонкой в форме хлористого хромила. Отфильтровывание осадка. Удаление кремневой кислоты отгонкой с азотной и фтористоводородной кислотами. Сплавление осадка с углекислым натрием или со смесью углекислого натрия, тетраборнокислого натрия и азотнокислого натрия; выщелачивание плава азотной кислотой и присоединение к основному раствору.

Отделение фосфора от хрома соосаждением с гидроокисдом железа (III) в аммиачном растворе.

Удаление мышьяка путем отгонки в форме треххлористого мышьяка.

Образование желтого комплексного фосфорномолибденового соединения с последующим восстановлением его до комплексного соединения молибденовой сини ионами двухвалентного железа в присутствии хлористоводородной кислоты и солянокислого гидроксиламина путем добавления растворов азотнокислого железа (III), аммиака, солянокислого гидроксиламина, хлористоводородной кислоты и молибденовокислого аммония к аликвотной части анализируемого раствора.

Фотометрическое измерение образующегося комплексного соединения с помощью спектрофотометра или электрокалориметра.

4. Реактивы

4.1. Кислота азотная, ρ 1,40 г/см³.

4.2 Кислота азотная, разбавленная 1:9

4.3. Кислота хлорная, ρ 1,50 г/см³.

Предупреждение. Существует опасность отравления при вдыхании, попадании внутрь и на кожу. Рекомендуется проводить работу в вытяжном шкафу; вдали от горелки, следует избегать вдыхание паров кислоты и попадания их на кожу, в глаза и на одежду.

4.4. Натрия пероксид, не содержащий фосфор
4.5. Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³.
4.6. Кислота соляная, ρ 1·1.
4.7. Кислота соляная разбавленная 1·100.
4.8. Кислота фтористоводородная, 40 % (*m*/*m*) раствор
4.9. Натрий углекислый, безводный.
4.10. Смесь для сплавления.

Смешивают 100 г безводного углекислого натрия (п. 4.9), 50 г тетраборнокислого натрия и 1 г азотнокислого натрия и тщательно растирают в агатовой или кварцитовой ступке.

4.11. Железо (III) азотнокислое, раствор концентрацией примерно 180 г/дм³.

Растворяют при нагревании 180 г девятиводного азотнокислого железа (III) $(Fe(NO_3)_3 \cdot 9\ H_2O)$ в 300—400 см³ воды и приливают 5 см³ азотной кислоты (п. 4.1). Фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью на 1000 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

4.12. Аммиак водный раствор, ρ 0,91 г/см³.
4.13. Аммиак водный, разбавленный раствор 1:1,
4.14. Аммиак водный, разбавленный раствор 1:100,
4.15. Гидроксиламин солянокислый, 30 % (*m*/*m*) раствор.
4.16. Аммоний молибденовокислый $[(NH_4)_2MoO_4]$ 5 % (*m*/*m*) раствор.

Раствор готовят из перекристаллизованного молибденовокислого аммония и хранят в кварцевой или полиэтиленовой бутыли. Для перекристаллизации 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 70—80 °С. Раствор отфильтровывают через плотный фильтр и охлаждают до комнатной температуры. Приливают при перемешивании 300 см³ ректификованного этилового спирта и дают осесть осадку в течение 1 ч. Отфильтровывают осадок под разряжением через фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера, промывают два или три раза этиловым спиртом на воздухе.

Примечание. Если реактив не содержит соединений, восстанавливающихся до молибденовой сини, то перекристаллизация необязательна.

4.17. Аммоний бромистый, 10 % (*m*/*m*) раствор.
4.18. Фосфор, стандартный раствор, содержащий 0,01 г фосфора в 1 дм³.

Готовят из стандартного раствора фосфора, содержащего 0,1 мг фосфора в 1 см³

Для его приготовления 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия (KH_2PO_4), высушенного до постоянной массы при температуре от 105 до 110 °С, растворяют в 100—150 см³ воды, переливают количественно в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

50 см³ этого раствора переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ этого стандартного раствора содержит 0,01 см³ фосфора.

5. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и
5.1. Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

6. Проведение анализа

6.1 Навеска пробы

Масса навески пробы в зависимости от ожидаемого содержания фосфора указана в табл. 3.

Таблица 3

Содержание фосфора, %	Масса навески, г	Объем азотной кислоты, см³	Объем хлорной кислоты, см³
До 0,015	1,0	5	70
Св. 0,015 до 0,05	0,50	5	50
» 0,05 » 0,10	0,20	5	30

6.2 Определение фосфора

6.2.1. *Разложение навески пробы*

6.2.1.1. Кислотное разложение

Навеску пробы (п. 6.1) помещают в стакан вместимостью 250 см³, увлажняют водой, добавляют азотную (п. 4.1) и хлорную (п. 4.3) кислоты в количествах, указанных в табл. 1. Накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до появления слабых паров хлорной кислоты, после чего нагревают еще в течение 10—15 мин.

Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана водой, выпаривают раствор до появления слабых паров хлорной кислоты и продолжают нагревание еще в течение 10—15 мин. Повторяют эту операцию до полного растворения навески.

Удаляют основную массу хрома в форме хлористого хромила.

Для этого удаляют часовое стекло и осторожно, по каплям, по стенкам стакана приливают хлористоводородную кислоту (п. 4.5) до прекращения выделения бурых паров хлористого хромила, при этом хром восстанавливается до трехвалентного состояния. Накрывают стакан часовым стеклом и продолжают нагревание раствора до полного окисления хрома.

Отгонку хлористого хромила повторяют до удаления основной массы хрома.

Раствор охлаждают, добавляют 50 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Фильтруют раствор через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество беззольной бумажной массы и промывают осадок 12—15 раз горячей соляной кислотой (п. 4.7) и 2—3 раза горячей водой. Собирают фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 400 см³ и сохраняют в качестве основного раствора.

Фильтр с осадком сохраняют и продолжают анализ в соответствии с п. 6.2.2.

6.2.1.2. Разложение путем щелочного сплавления

Навеску пробы (п. 6.1) помещают в алундовый, никелевый или стеклоуглеродный тигель, добавляют 6—8 г пероксида натрия (п. 4.41), тщательно перемешивают стеклянной палочкой, сверху насыпают еще пероксида натрия и сплавляют при 800—850 °С.

Тигель охлаждают, помещают его в стакан вместимостью 400—500 см³, добавляют 80—100 см³ воды и накрывают часовым стеклом. После прекращения бурной реакции раствор кипятят в течение 3 мин и охлаждают. Добавляют хлорную кислоту (п. 4.3) до растворения осадка гидроксидов и затем 5 см³ в избыток. Удаляют тигель из стакана и обмывают его горячей водой. Раствор выпаривают до появления паров хлорной кислоты.

Удаляют основную массу хрома в виде хлористого хромила в соответствии с п. 6.2.1.1.

Раствор охлаждают, добавляют 50 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Отфильтровывают раствор через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество беззольной бумажной массы, и промывают осадок 12—15 раз горячей хлористоводородной кислотой (п. 4.7) и 2—3 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан вместимостью 400 см³ и сохраняют как основной раствор.

Фильтр с остатком сохраняют и затем обрабатывают в соответствии с п. 6.2.2.

6.2.2. *Обработка нерастворимого остатка*

Фильтр с остатком, полученным по п. 6.2.1, помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют при низкой температуре и прокаливают при 800—900 °С. Увлажняют остаток водой, добавляют 4—5 капель азотной кислоты (п. 4.1), 2—3 см³ фтористоводородной кислоты (п. 4.8), выпаривают досуха и прокаливают при 800—900 °С. Охлаждают тигель и сплавляют остаток с 1—2 г углекислого натрия (п. 4.9) при 1000—1100 °С.

Примечание. В случае труднорастворимых руд остаток сплавляют с 2 г смеси для сплавления (п. 4.10) при 1000—1100 °С.

Плав выщелачивают при нагревании в 20—30 см³ азотной кислоты (п. 4.2) и присоединяют к основному раствору.

К полученному раствору добавляют 1 см³ раствора азотнокислого железа (III), затем добавляют раствор аммиака (п. 4.12) до появления запаха аммиака и нагревают содержимое стакана до кипения. Дают осадку отстояться в течение 2—3 мин и фильтруют через фильтр средней плотности. Промывают стакан и осадок на фильтре 5—6 раз горячим раствором аммиака (п. 4.14).

Смывают осадок с фильтра горячей водой в стакан, в котором производили осаждение, промывают фильтр 20—30 см³ горячей соляной кислотой (п. 4.6) и 8—10 раз горячей соляной кислотой (п. 4.7), собирая промывные воды в том же стакане. Раствор выпаривают досуха.

Для удаления мышьяка добавляют 10 см³ соляной кислоты (п. 4.5) и снова выпаривают раствор досуха. Сухой остаток растворяют при нагревании в 25 см³ соляной кислоты (п. 4.6), добавляют 10 см³ раствора бромистого аммония (п. 4.17) и выпаривают раствор досуха. Добавляют 15 см³ соляной кислоты и снова выпаривают раствор досуха. Добавляют 10—12 см³ соляной кислоты (п. 4.5) и нагревают до растворения солей.

Переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

6.2.3. *Подготовка раствора для фотометрических измерений*

В две мерные колбы вместимостью по 100 см³ вводят аликвотные части полученного раствора по 20 см³, добавляют в каждую колбу по 4 см³ раствора азотнокислого железа (III) (п. 4.11) и раствора аммиака (п. 4.13) до начала выпадения осадка гидроксида железа (III). Приливают по каплям соляную кислоту (п. 4.6) до растворения осадка.

Добавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и нагревают растворы до кипения и кипятят до обесцвечивания. Если раствор сохраняет желтоватый оттенок, добавляют 1—2 капли раствора аммиака (п. 4.13), при появлении мути ее растворяют, добавив 1 или 2 капли соляной кислоты (п. 4.6).

Охлаждают раствор до 25 °С и добавляют 11 см³ соляной кислоты (п. 4.6).

В одну из мерных колб добавляют по каплям при постоянном перемешивании 8 см³ раствора молибденовокислого аммония (п. 4.16).

Раствор перемешивают в течение 1—2 мин, доливают до метки водой и перемешивают (величина pH этих растворов должна составлять от 0,1 до 0,4).

6.2.4. *Фотометрическое измерение*

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора на электрофотометре (п. 5.1) при длине волны 825 мм или на фотоэлектрокалориметре с красным светофильтром при длине волны 620—640 нм в кювете с толщиной оптического слоя 50 мм, используя в качестве раствора сравнения раствор, не содержащий молибденовокислого аммония.

6.2.5. *Контрольный опыт*

Через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

6.2.6. *Построение градуировочного графика*

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят с помощью микробюретки 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора фосфора (п. 4.18),

содержащего соответственно 5; 10; 20; 30; 40 и 50 мкг фосфора. Седьмая мерная колба вместимостью 100 см³ служит для контрольного опыта.

В каждую колбу добавляют 4 см³ раствора азотнокислого железа (III) (п. 4.11), 20 см³ воды и раствор аммиака (п. 4.13) до образования осадка гидроксидов железа (III). Добавляют по каплям соляную кислоту (п. 4.6) до растворения осадка. Добавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина (п. 4.15), нагревают растворы до кипения и кипятят до обесцвечивания. Если раствор сохраняет желтый оттенок, то добавляют к нему 1 или 2 капли раствора аммиака (п. 4.13), появившуюся муть растворяют, добавляют 1—2 капли соляной кислоты (п. 4.6). Растворы охлаждают и добавляют 11 см³ соляной кислоты (п. 4.6). Добавляют по каплям при непрерывном перемешивании 8 см³ раствора молибденовокислого аммония (п. 4.16), перемешивают растворы в течение 1—2 мин, доливают водой до метки и снова перемешивают.

Проводят фотометрические измерения, как указано в п. 6.2.4, используя в качестве раствора сравнения воду.

По найденным значениям оптических плотностей (за вычетом оптической плотности раствора, не содержащего фосфора) и соответствующим им содержаниям фосфора строят градуировочный график.

7. Обработка результатов

7.1. Расчет

По оптической плотности испытуемого раствора (за вычетом оптической плотности контрольного опыта) по градуировочному графику (п. 6.2.6) находят содержание фосфора.

Массовую долю фосфора (X_F) в процентах вычисляют по формуле

$$X_F = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2} \cdot K,$$

где m_1 — масса фосфора в аликвотной части анализируемого раствора с поправкой на контрольный опыт, г;

m_2 — масса навески пробы, соответствующая аликвоте анализируемого раствора;

K — коэффициент пересчета содержания фосфора на его содержание в сухом материале.

7.2. Допускаемые расхождения параллельных определений не должны превышать указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля фосфора, %	Допускаемое расхождение, %
Св. 0,002 до 0,004	0,001
» 0,004 » 0,01	0,002
» 0,01 » 0,02	0,003
» 0,02 » 0,04	0,004
» 0,04 » 0,06	0,005
» 0,008 » 0,10	0,006

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН** Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. И. Стенина (руководитель темы), Н. В. Пенкина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3675
Приложение «Хромовые руды. Фотометрический метод определения фосфора по восстановленному фосфорномолибденовому комплексу» настоящего стандарта подготовлено на основе международного стандарта ИСО 6127—81

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 15848.14—85

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, приложения
ГОСТ 83—79	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2; 3.2
ГОСТ 3765—78	2.2; 3.2
ГОСТ 4217—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4198—75	2.2; 3.2
ГОСТ 4199—76	2.2; 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 6563—75	2.2; 3.2
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 10929—76	2.2; 3.2
ГОСТ 11125—84	2.2; 3.2
ГОСТ 14261—77	2.2; 3.2
ГОСТ 15848.0—90	1; приложение
ГОСТ 18300—87	2.2; 3.2
ГОСТ 19275—75	2.2; 3.2
ИСО 6629—81	Приложение

gost.e-ecolog.ru