УДК 622.349.42 : 543.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Метод определения фосфора

Titanomagnetite ores, ironvanadium concentrates, agglomerates and pellets. Method for determination of phosphorus

ГОСТ 18262.12—88

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, железованадиевые концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает фотометрический метод определения фосфора при массовой доле его от 0,0025 до 0,2%.

Метод основан на образовании фосфорномолибденовой гетерополикислоты в хлорнокислом растворе с восстановлением ее сернокислым гидразином до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Титан и кремний не мешают определению фосфора; влияние мышьяка устраняется предварительным восстановлением его сернистокислым натрием.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18262.0.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1050 °С.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр (абсорбциометр).

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый

gost.e-ecolog.ru

натрий постепенно нагревают до 400 °С и прокаливают при указанной температуре в течение 2 ч.

Смесь для сплавления: тщательно перемешивают обезвоженный тетраборнокислый натрий и углекислый натрий в соотношении 1:4 и измельчают.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Кислота хлорная, плотностью 1,51 или 1,67 г/см³ и раствор с молярной концентрацией 3 моль/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, раствор массовой концентрации 100 г/дм³, свежеприготовленный.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор массовой концентрации 2 г/дм³, свежеприготовленный.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор массовой концентрации 20 г/дм³.

Если реактив имеет квалификацию «ч. д. а.» или «ч.», его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при температуре 80 °С, приливают аммиак до явного запаха и горячий раствор фильтруют через плотный фильтр в стакан, содержащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают отстояться осадку в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см³ и высушивают на воздухе.

Раствор готовят следующим образом: 20 г молибденовокислого аммония растворяют в 500 см³ воды. После растворения осторожно приливают 325 см³ хлорной кислоты плотностью 1,67 г/см³ или 342 см³ хлорной кислоты плотностью 1,51 г/см³, раствор охлаждают, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

Стандартные растворы фосфора

Раствор А, приготовленный следующим образом: 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного при 110 °С до постоянной массы, растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А соответствует 0,0001 г фосфора.

Раствор Б, приготовленный следующим способом: 3 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ воды, затем осторожно при перемешивании 70 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, перемешивают, нагревают раствор до кипения, кипятят в течение 1—2 мин и охлаждают. К полученному раствору приливают 5 см³ стандартного раствора

фосфора А, перемешивают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки, снова перемешивают.

1 см³ стандартного раствора Б соответствует 0,000005 г фосфора.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, тщательно перемешивают с 2—2,5 г смеси для сплавления, насыпают сверху еще 0,5 г смеси и сплавляют при 1000—1050 °С в течение 30—40 мин. Тигель с плавом охлаждают и помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, приливают 70 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, и осторожно нагревают до полного растворения плава. Тигель извлекают из стакана и обмывают его водой. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.2. Аликвоту полученного раствора 20 см³ при массовой доле фосфора до 0,1% или аликвоту 10 см³ при массовой доле более 0,1% помещают в стакан вместимостью 200—250 см³. Приливают 10 см³ раствора контрольного опыта, если используется аликвота 10 см³, 15 см³ раствора сернистокислого натрия, перемешивают, выдерживают при комнатной температуре 2 мин и помещают на 10 мин на кипящую водяную баню. Затем при перемешивании приливают 25 см³ раствора хлорной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³, 20 см³ воды и 10 см³ раствора молибденовокислого аммония, 2 см³ раствора сернокислого гидразина и нагревают раствор до кипения. Снова помещают стакан с раствором на водяную баню, погрузив стакан в кипящую воду до уровня раствора, и выдерживают 20 мин. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 820 нм или на фотоэлектроколориметре в интервале длин волн 630—750 нм, используя в качестве раствора сравнения воду.

3.3. Для внесения поправки на содержание фосфора в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт. Для приготовления раствора контрольного опыта 6 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 400 см³ и осторожно при перемешивании приливают 140 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3. Нагревают раствор до кипения и кипятят в течение 1—2 мин. Раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Аликвоту раствора 20 см³ помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, прибавляют 15 см³ раствора сернистокислого натрия и продолжают, как указано в п. 3.2.

По найденному значению оптической плотности исследуемого раствора за вычетом значения оптической плотности раствора контрольного опыта находят содержание фосфора по градуировочному графику.

3.4. Для построения градуировочного графика в шесть стаканов вместимостью 200—250 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 см³ стандартного раствора фосфора Б, что соответствует 0,0000025; 0,0000050; 0,000010; 0,000025; 0,000050; 0,00010 г фосфора, приливают раствор контрольного опыта, чтобы общий объем раствора был 20 см³, затем приливают по 15 см³ раствора сернистокислого натрия, нагревают на водяной бане в течение 10 мин и далее продолжают анализ, как указано в п. 3.2.

Раствором контрольного опыта для градуировочного графика является раствор контрольного опыта для испытуемых проб.

По полученным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом значения оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим им концентрациям фосфора строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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 в объеме раствора, используемого для измерения, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески высушенной пробы в объеме раствора, используемого для измерения, г.

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

Массовая доля фосфора, %				Абсолютное допускаемое расхождение, %
От	0,0025	до	0,005 включ.	0,001
Св.	0,005	»	0,01 »	0,002
»	0,01	»	0,02 »	0,003
»	0,02	»	0,05 »	0,005
»	0,05	»	0,1 »	0,007
»	0,1	»	0,2 »	0,01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. М. Кузьмин, Л. В. Камаева (руководитель темы), **Н. А. Зобнина, Л. И. Бармина, Ю. В. Баринов, К. Е. Юрочкина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.12.88 № 4191

3. **Срок первой проверки — 1998 г.**
Периодичность проверки — 8 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 18262.13—72**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 83—79	2	ГОСТ 4199—76	2
ГОСТ 195—77	2	ГОСТ 5841—74	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 6563—75	2
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 18262.0—88	1
ГОСТ 3765—78	2	ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 4198—75	2		

gost.e-ecolog.ru