УДК 622.349.3-15:546.185-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Методы определения пятиокиси фосфора

Rare-metallic concentrates.
Methods for the determination
of phosphorus pentoxide

ГОСТ
25702.15—83*
Взамен
ГОСТ 22939.4—78

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3363 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает фотометрические методы определения пятиокиси фосфора (общего) в концентратах: ильменитовом (при массовой доле от 0,05 до 0,5 %) и рутиловом (при массовой доле от 0,05 до 0,3 %), ниобиевом (пирохлоровом) (при массовой доле от 0,05 до 1 %), цирконовом (при массовой доле от 0,05 до 0,3 %), лопаритовом (при массовой доле от 0,05 до 0,5 %) и пятиокиси фосфора, находящегося в виде апатита в концентратах: лопаритовом (при массовой доле от 0,05 до 0,5 %) и черновом ниобиевом (пирохлоровом) (при массовой доле от 2 до 20 %).

При разногласиях в оценке качества в рутиловом, цирконовом и лопаритовом концентратах анализ выполняют фотометрическими методами, используя реакции образования восстановленных гетерополикомплексов.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности – по ГОСТ 25702.0—83.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89).*

gost.e-ecolog.ru

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ФОСФОРА (ОБЩЕГО) В ЛОПАРИТОВОМ, НИОБИЕВОМ (ПИРОХЛОРОВОМ), РУТИЛОВОМ, ИЛЬМЕНИТОВОМ И ЦИРКОНОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ ПО РЕАКЦИИ ОБРАЗОВАНИЯ ФОСФОРНО-ВАНАДИЙ-МОЛИБДЕНОВОГО КОМПЛЕКСА

Метод основан на реакции образования в азотнокислой среде фосфорно-ванадиево-молибденового гетерополикомплекса, окрашенного в желтый цвет, и фотометрировании окраски раствора. Мешающие определению элементы отделяют осаждением в виде гидратов после сплавления навески пробы с гидратом окиси натрия.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 120 °С.

Печь электрическая муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 700 °С.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Тигли железные вместимостью 50 см³.

Тигли никелевые вместимостью 50 см³.

Тигли из стеклоуглерода вместимостью 50 см³.

Воронка Бюхнера.

Колба коническая вместимостью 300 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200, 250, 500 и 1000 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки вместимостью 10 и 20 см³ без делений.

Пипетки вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Склянка вместимостью 1000 см³ с притертой пробкой.

Склянка темного стекла вместимостью 500 см³ с притертой пробкой.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100 см³.

Стаканы фторопластовые вместимостью 200 см³.

Эксикатор.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1 и 1:3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный из этилового спирта в следующих условиях: навеску

молибденовокислого аммония массой 250 г растворяют в 400 см³ воды, нагретой до 80 °С, добавляют аммиак до появления запаха и фильтруют горячий раствор через фильтр в стакан, содержащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см³, после чего их высушивают на воздухе.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75.

Жидкость реактивная, ванадиево-молибденовый раствор; готовят следующим образом:

раствор 1. 10 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см³ нагретой до 50—60 °С воды. К охлажденному раствору осторожно при непрерывном помешивании добавляют 2 см³ азотной кислоты и, если раствор мутный, его фильтруют через фильтр «белая лента»;

раствор 2. 0,3 г ванадиевокислого аммония растворяют в 50 см³ нагретой до 50—60 °С воды. После охлаждения к раствору добавляют 50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3.

Раствор 1 медленно вливают при интенсивном помешивании в раствор 2, к смеси приливают 15 см³ азотной кислоты и перемешивают раствор. Раствор хранят в склянке темного стекла. Если при хранении из смешанного раствора выделяется осадок, готовят свежий раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Фенолфталеин по НТД, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³, готовят следующим образом: 0,1 г фенолфталеина растворяют в 70 см³ этилового спирта и добавляют 30 см³ воды.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, перекристаллизованный из горячего водного раствора и высушенный при 110 °С. Хранят в эксикаторе над слоем серной кислоты или в склянке с притертой крышкой.

Растворы пятиокиси фосфора:

раствор А. Навеску однозамещенного фосфорнокислого калия массой 0,4794 г растворяют в 100 см³ воды, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1,0 мг пятиокиси фосфора;

раствор Б. Отбирают пипеткой 5 см³ раствора А, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора **Б содержит 0,05 мг пятиокиси фосфора;**

раствор В. Отбирают пипеткой 2 см³ раствора А, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,02 мг пятиокиси фосфора.

2.1.1. Материалы, реактивы и растворы при анализе лопаритового и ниобиевого (пирохлорового) концентратов

бумага индикаторная универсальная;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

2.1; 2.1.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы при анализе ильменитового концентрата:

воронка капельная вместимостью 100 см³;

бумага индикаторная универсальная;

натрий кислый сернистокислый по НТД, насыщенный раствор, свежеприготовленный;

кислота сернистая, насыщенный раствор, свежеприготовленный; готовят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 300 см³ вливают 150 см³ насыщенного раствора кислого сернистокислого натрия и закрывают колбу пробкой, в которую вставлены капельная воронка и трубка для отвода газа. В воронку наливают серную кислоту и медленно, по каплям, приливают ее в колбу. При этом происходит выделение сернистого газа, который по отводной трубке попадает в склянку с дистиллированной водой. При ослаблении выделения газа колбу нагревают.

Приготовление раствора сернистой кислоты производят в вытяжном шкафу при действующей вентиляции.

2.1.3. Аппаратура, реактивы и растворы при анализе цирконового концентрата:

тигли платиновые вместимостью 30 см³;

чашки платиновые вместимостью 75 см³;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с молярной концентрацией 3 моль/дм³;

кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³, готовят следующим образом: навеску двуокиси кремния массой 1,0 г сплавляют в платиновом тигле с 15 г углекислого натрия при 900 °С до получения однородного плава. Плав выщелачивают горячей водой, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде;

натрий углекислый по ГОСТ 83-79 и раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³;

натрий тетраборнокислый 10-водный (бура) по ГОСТ 4199—76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. **Проведение анализа**

2.2.1. Анализ лопаритового концентрата

2.2.1.1. В никелевый, железный или стеклоуглеродный тигель помещают 4 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,25—0,5 г и сплавляют в муфельной печи при температуре 600—700 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава. Остывший тигель помещают во фторопластовый стакан, заливают 50 см³ горячего раствора хлористого натрия и выщелачивают плав при умеренном нагревании. Затем тигель вынимают из стакана, ополаскивают 3—4 раза горячей водой и вновь нагревают в течение 10—15 мин. Содержимое стакана охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в стакан вместимостью 100 см³, отбрасывая первые порции фильтрата (раствор может быть использован для определения двуокиси кремния). Аликвотную часть раствора 10—20 см³ (в зависимости от содержания пятиокиси фосфора) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают воды до 35 см³, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют азотной кислотой, разбавленной 1:1, до изменения окраски индикатора и сверх того добавляют 1 см³ раствора фтористого аммония, 1—2 капли той же кислоты для создания pH 2 (pH проверяют по универсальной индикаторной бумаге), добавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ реактивной жидкости, доводят водой до метки и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиокиси фосфора находят по градуировочному графику.

2.2.1.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ вводят из микробюретки 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 3,0 см³ раствора пятиокиси фосфора (раствор Б). Растворы в колбах разбавляют водой до 35 см³, приливают по 1 см³

раствора фтористого аммония, по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см³ реактивной жидкости, доливают водой до метки и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 2.2.1.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, кроме раствора пятиокиси фосфора (раствор Б).

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиокиси фосфора строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. Анализ ильменитового концентрата

2.2.2.1. В никелевый, железный или стеклоуглеродный тигель помещают 4 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску концентрата массой 0,5 г и сплавляют в муфельной печи при температуре 600—700 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава.

Охлажденный тигель помещают во фторопластовый стакан, прибавляют 50 см³ горячей воды и при умеренном нагревании производят выщелачивание плава, после чего тигель удаляют из стакана, обмывая его стенки горячей водой. При окрашивании раствора в зеленый цвет соединениями марганца в начале кипячения добавляют к раствору несколько капель этилового спирта и кипятят раствор в течение 3—4 мин. Раствор охлаждают и вместе с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата (раствор может быть использован для определения окиси хрома по ГОСТ 25702.16—83).

Аликвотную часть раствора 10—20 см³ (в зависимости от содержания пятиокиси фосфора) помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают воды до 35 см³, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют азотной кислотой, разбавленной 1:1, до изменения окраски индикатора и сверх того добавляют 1—2 капли той же кислоты для создания pH 2 (pH проверяют по универсальной индикаторной бумаге). При окрашивании раствора в желтый цвет (в случае присутствия хрома) добавляют 2—3 капли сернистой кислоты или раствора кислого сернистокислого натрия до исчезновения желтой окраски и раствор кипятят несколько минут. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ реактивной жидкости, доливают до метки водой и пере-

мешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиокиси фосфора находят по градуировочному графику.

2.2.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ вводят микробюреткой 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ раствора пятиокиси фосфора (раствор Б). Растворы в колбах разбавляют водой до 35 см³, приливают по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см³ реактивной жидкости и доливают до метки водой. Через 15 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~400 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиокиси фосфора (раствор Б).

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиокиси фосфора строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.3. Анализ рутилового концентрата

2.2.3.1. В никелевый, железный или стеклоуглеродный тигель помещают 4 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке **при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного** обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,2 г и сплавляют в муфельной печи при температуре 600—700 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава. Охлажденный тигель помещают во фторопластовый стакан и плав выщелачивают 50 см³ горячей воды, обмывая тигель несколько раз водой, перемешивают и раствор с осадком кипятят 2—3 мин, охлаждают и фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре дважды промывают горячей водой и отбрасывают.

Аликвотную часть раствора 10—20 см³ (в зависимости от содержания пятиокиси фосфора) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют азотной кислотой, разбавленной 1:1, до изменения окраски индикатора, добавляют 5 см³ той же кислоты, 5 см³ реактивной жидкости, доливают до метки водой и перемешивают. Спус-

тя 15 мин измеряют оптическую плотность раствора по отношению к раствору контрольного опыта на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиокиси фосфора находят по градуировочному графику.

2.2.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ вводят микробюреткой 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ раствора пятиокиси фосфора (раствор В). Растворы в колбах разбавляют водой до 35 см³, приливают по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см³ реактивной жидкости, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 2.2.3.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиокиси фосфора (раствор В).

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиокиси фосфора строят градуировочный график.

2.2.3.1; 2.2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2.4. Анализ цирконового концентрата

2.2.4.1. В никелевый, железный или стеклоуглеродный тигель помещают 4 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,2 г и сплавляют в муфельной печи при температуре 600—700 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава (разложение концентрата можно проводить со смесью углекислого натрия и буры в платиновой чашке по п. 5.2.2.1). Охлажденный тигель помещают во фторопластовый стакан и плав выщелачивают 50 см³ горячей воды при кипячении раствора в течение 2—3 мин. Раствор с осадком охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата. Аликвотную часть фильтрата 10—20 см³ (в зависимости от ожидаемого содержания фосфора) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³. Фильтрат нейтрализуют раствором серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³, затем прибавляют 1 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³, 8 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3, и 5 см³ реак-

тивной жидкости. Через 5 мин объем раствора доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют через 15 мин на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиокиси фосфора находят по градуировочному графику.

2.2.4.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ вводят микробюреткой 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора пятиокиси фосфора (раствор В).

Добавляют по 8 см³ раствора двуокиси кремния, нейтрализуют растворы раствором серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³ по фенолфталеину добавляют еще по 1 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³, затем приливают по 8 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1:3 и по 5 см³ реактивной жидкости Спустя 5 мин растворы доводят до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 2.2.4.1. Раствором сравнения служит раствор, содержащий все реактивы, кроме раствора пятиокиси фосфора (раствор В) и раствора двуокиси кремния с массовой концентрацией 2 г/дм³.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиокиси фосфора строят градуировочный график.

2.2.5. Анализ ниобиевого (пирохлорового) концентрата.

2.2.5.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1—0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:5, стакан накрывают часовым стеклом и кипятят в течение 15 мин при помешивании раствора. После охлаждения раствор с осадком фильтруют в мерную колбу вместимостью 50—200 см³ (в зависимости от содержания пятиокиси фосфора), остаток на фильтре промывают 3—4 раза водой, объем в колбе доводят до метки водой и перемешивают.

2.2.5.2. Остаток после обработки азотной кислотой вместе с фильтром помещают в никелевый, железный или стеклоуглеродный тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 400—500 °С. К прокаленному осадку добавляют 5 г гидроокиси натрия и сплавляют в муфельной печи при температуре 600—700 °С в течение 15 мин до получения однородного плава. Плав переводят в стакан вместимостью 100 см³ с помощью 15 см³ горячего раствора хлористого натрия, разбавляют водой до 35 см³ и растворяют при

нагревании. Для устранения влияния марганца (раствор окрашен в зеленый цвет) и хрома (раствор окрашен в желтый цвет) добавляют соответственно 2—3 капли или 1—2 см³ этилового спирта и кипятят раствор в течение 2—3 мин. Раствор охлаждают и вместе с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» в сухой стакан.

2.2.5.3. Аликвотные части фильтрата (полученного по п. 2.2.5.1 и 2.2.5.2) 1—20 см³ помещают в мерные колбы вместимостью по 50 см³, разбавляют водой до 35 см³ (если среда щелочная, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют азотной кислотой, разбавленной 1:1, до изменения окраски индикатора), добавляют 1 см³ раствора фтористого аммония, 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ реактивной жидкости, доводят до метки водой и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при 400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиокиси фосфора находят по градуировочному графику (см. п. 2.2.1.2).

2.2.5—2.2.5.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.3. **Обработка результатов**

2.3.1. Массовую долю пятиокиси фосфора (X) в пересчете на сухое вещество в процентах при анализе лопаритового, ильменитового, рутилового и цирконового концентратов вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиокиси фосфора, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

2.3.1а. Массовую долю пятиокиси фосфора в пересчете на сухое вещество при анализе иттриевого (пирохлорового) концентрата после кислотного разложения ($X_к$) и щелочного сплавления ($X_с$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_к,\ X_с = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиокиси фосфора, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

Общую массовую долю пятиокиси фосфора ($X_{общ}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{общ} = X_к + X_с$$

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Анализируемый концентрат	Массовая доля пятиокиси фосфора, %	Допускаемое расхождение, %
Лопаритовый	0,050	0,015
	0,10	0,02
	0,30	0,03
	0,50	0,04
Рутиловый, ильменитовый и цирконовый	0,05	0,01
	0,15	0,02
	0,30	0,03
Ниобиевый (пирохлоровый)	0,05	0,01
	0,10	0,02
	0,50	0,05
	1,0	0,1
Черновой ниобиевый (пирохлоровый)	2,0	0,2
	5,0	0,4
	10,0	0,8
	15,0	1,2
	20,0	1,6

2.3.1; 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ФОСФОРА (НАХОДЯЩЕГОСЯ В ВИДЕ АПАТИТА) В ЧЕРНОВОМ НИОБИЕВОМ (ПИРОХЛОРОВОМ) И ЛОПАРИТОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ

Метод основан на реакции образования в азотнокислой среде фосфорно-ванадий-молибденового гетерополисоединения, окрашенного в желтый цвет. Фосфор, находящийся в концентратах в

виде апатита, переводят в раствор обработкой навески азотной кислотой.

3.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250 и 1000 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100, 500 и 1000 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки вместимостью 10 и 20 см³ без делений.

Пипетки вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Фильтры бумажные обезвоженные «белая лента».

Склянка темного стекла вместимостью 500 см³ с притертой пробкой.

Стекла часовые.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 -77 и разбавленная 1:1, 1:3 и 1:5.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный из спиртового раствора в следующих условиях: навеску молибденовокислого аммония массой 250 г растворяют в 400 см³ воды, нагретой до 80 °С, добавляют аммиак до появления запаха и фильтруют горячий раствор через фильтр в стакан, содержащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см³, после чего их высушивают на воздухе.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75.

Жидкость реактивная, ванадиево-молибденовый раствор; готовят, как указано в п. 2.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, перекристаллизованный и высушенный, как указано в п. 2.1.

Растворы пятиокиси фосфора.

Растворы А и Б; готовят, как указано в п. 2.1.

1 см³ раствора А содержит 1,0 мг пятиокиси фосфора.

1 см³ раствора Б содержит 0,05 мг пятиокиси фосфора.

3.2. **Проведение анализа**

3.2.1. Анализ чернового ниобиевого (пирохлорового) концентрата

3.2.1.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:5, стакан накрывают часовым стеклом и кипятят в течение 15 мин при перемешивании. После охлаждения раствор с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в стакан вместимостью 100 см³, отбрасывая первые порции фильтрата (при определении пятиокиси ниобия и пятиокиси фосфора из одной навески подготовку раствора к анализу проводят по ГОСТ 25702.8—83, п. 3).

Аликвотную часть фильтрата 3—10 см³ (в зависимости от содержания пятиокиси фосфора) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до 35 см³, добавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ реактивной жидкости, доливают до метки водой и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при 400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиокиси фосфора находят по градуировочному графику.

3.2.1.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ вводят микробюреткой 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора пятиокиси фосфора (раствор Б), разбавляют до 35 см³ водой, добавляют по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см³ реактивной жидкости, доливают водой до метки и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 3.2.1.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиокиси фосфора.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиокиси фосфора строят градуировочный график.

3.2.2. Анализ лопаритового концентрата

3.2.2.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:5, накрывают стакан часовым стеклом и кипятят в течение 15 мин. После охлаждения раствор вместе с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата. Аликвот-

ную часть фильтрата 10—20 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до 25 см³, добавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ реактивной жидкости, доливают до метки водой и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при 400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиокиси фосфора находят по градуировочному графику.

3.2.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят микробюреткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора пятиокиси фосфора (раствор Б). Растворы в колбах разбавляют водой до 35 см³, приливают по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см³ реактивной жидкости, доливают до метки водой и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 3.2.2.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиокиси фосфора.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиокиси фосфора строят градуировочный график.

3.3. **Обработка результатов**

3.3.1. Массовую долю пятиокиси фосфора (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиокиси фосфора, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

3.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Анализируемый концентрат	Массовая доля пятиокиси фосфора, %	Допускаемое расхождение, %
Черновой ниобиевый (пирохлоровый)	2,0	0,2
	4,0	0,4
	8,0	0,7
	10,0	0,8
	12,0	1,0
	16,0	1,2
	20,0	1,6
Лопаритовый	0,050	0,015
	0,10	0,02
	0,30	0,03
	0,50	0,04

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ФОСФОРА (ОБЩЕГО) В ЛОПАРИТОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ ПО РЕАКЦИИ ОБРАЗОВАНИЯ ВОССТАНОВЛЕННОГО ФОСФОРНО-МОЛИБДЕНОВОГО ГЕТЕРОПОЛИКОМПЛЕКСА

Метод основан на реакции образования восстановленного фосфорно-молибденового гетерополикомплекса, окрашенного в желтый цвет, в присутствии смеси сернокислого гидразина и хлорида олова в качестве восстановителя. Определение проводят после полного вскрытия пробы сплавлением с гидратом окиси натрия.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 200 °С.

Печь электрическая муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 800 °С.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Тигли никелевые вместимостью 50 см^3.

Тигли стеклоуглеродные вместимостью 50 см^3.

Воронка Бюхнера.

Банки полиэтиленовые вместимостью 250 см^3.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200 и 1000 см^3.

Мензурки мерные вместимостью 100 и 500 см^3.

Микробюретка вместимостью 5 см^3 с ценой деления 0,02 см^3.

Пипетки Мора вместимостью 5 и 10 см^3.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см^3 с делениями.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100, 250 и 500 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 25 и 50 см³.

Эксикатор.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:5.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный из спиртового раствора в следующих условиях: навеску молибденовокислого аммония массой 250 г растворяют в 400 см³ воды, нагретой до 80 °С, добавляют аммиак до появления запаха и фильтруют горячий раствор через фильтр в стакан, содержащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см³, после чего их высушивают на воздухе.

Из перекристаллизованной соли готовят раствор с массовой концентрацией 12 г/дм³ следующим образом: 1,2 г молибденовокислого аммония растворяют в 50 см³ нагретой до 50—60 °С воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 24 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, доводят водой до метки и перемешивают.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³ хранят в полиэтиленовой посуде.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, раствор с массовой концентрацией 1,2 г/дм³, готовят следующим образом: 0,12 г сернокислого гидразина растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 24 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Олово двухлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³ готовят следующим образом: 0,25 г двухлористого олова растворяют в 2 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1 при нагревании и разбавляют водой до 50 см³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Фенолфталеин по НТД, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³ готовят, как указано в п. 2.1.

Раствор для разбавления; готовят следующим образом: 8 г гидрата окиси натрия растворяют в 100 см³ раствора хлористого натрия, разбавляют водой до 200 см³ и раствор фильтруют.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, перекристаллизованный и высушенный, как указано в п. 2.1.

Растворы пятиокиси фосфора:

раствор А. Навеску однозамещенного фосфорнокислого калия массой 0,383 г переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 100 см³ воды, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг пятиокиси фосфора.

Для приготовления раствора А допускается использовать однозамещенный фосфорнокислый калий, высушенный в течение суток в эксикаторе над серной кислотой;

раствор Б. Отбирают пипеткой 5 см³ раствора, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг пятиокиси фосфора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. **Проведение анализа**

4.2.1. В никелевый или стеклоуглеродный тигель помещают 4 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,1 г и сплавляют в муфельной печи при температуре 600—700 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава.

После охлаждения плав выщелачивают 50 см³ горячего раствора хлористого натрия и кипятят в течение 5 мин. Раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Фильтруют раствор через сухой фильтр «синяя лента», первые порции фильтрата отбрасывают. Аликвотную часть раствора 5—10 см³ (в зависимости от содержания пятиокиси фосфора) вводят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и объем раствора до 10 см³ доводят раствором для разбавления, добавляют 1 см³ раствора фтористого аммония, раствор нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:5, по фенолфталеину, приливают 2,5 см³ раствора молибдата аммония, 2,5 см³ раствора сернокислого гидразина, разбавляют водой до 45 см³, приливают 0,5 см³ раствора двухлористого олова, перемешивая раствор после добавления каждого реактива, доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют через 40 мин на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при 700 нм, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиокиси фосфора находят по градуировочному графику.

4.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят микробюреткой 0,1; 0,3; 0,5; 1,0; **2,0 и 2,5 см³ раствора пятиокиси фосфора (раствор Б), приливают** до 10 см³ раствора для разбавления, добавляют 1 см³ раствора фтористого аммония, раствор нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:5, по фенолфталеину, приливают 2,5 см³ раствора сернокислого гидразина, разбавляют водой до 45 см³, приливают 0,5 см³ раствора двухлористого олова, перемешивая раствор после добавления каждого реактива, доводят водой до метки и снова перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 4.2.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиокиси фосфора (раствора Б).

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиокиси фосфора строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. **Обработка результатов**

4.3.1. Массовую долю пятиокиси фосфора (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиокиси фосфора, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемоого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0 –83 п. 1.5;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

4.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля пятиокиси фосфора, %	Допускаемое расхождение, %
0,05	0,01
0,10	0,02
0,30	0,03
0,50	0,04

4.3.1; 4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ФОСФОРА (ОБЩЕГО) ПО РЕАКЦИЯМ ОБРАЗОВАНИЯ ТРОЙНЫХ ВОССТАНОВЛЕННЫХ ГЕТЕРОПОЛИКОМПЛЕКСОВ В РУТИЛОВОМ И ЦИРКОНОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ

5.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Баня водяная.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 750—800 °С.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Воронка Бюхнера.

Капельницы вместимостью 25 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500 и 1000 см³.

Мензурки мерные вместимостью 100 и 500 см³.

Пипетки вместимостью 10 см³ с делениями.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см³ без делений.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100, 250 и 500 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 25 и 50 см³.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815-76, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³ свежеприготовленный. При хранении в холодильнике годен к применению в течение 14 сут.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1 и 1:20.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный из спиртового раствора в следующих условиях: навеску молибденовокислого аммония массой 250 г растворяют в

400 см³ воды, нагретой до 80 °С, добавляют аммиак до появления запаха и фильтруют горячий раствор через фильтр в стакан, содержащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см³, после чего их высушивают на воздухе.

Из перекристаллизованной соли готовят раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³ следующим образом: 5 г молибденовокислого аммония растворяют в 50 см³ нагретой до 60—70°С воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, перекристаллизованный и высушенный, как указано в п. 2.1.1.

Растворы пятиокиси фосфора:

растворы А и В; готовят, как указано в п. 2.1.1.

1 м³ раствора А содержит 1,0 мг пятиокиси фосфора.

1 см³ раствора В содержит 0,02 мг пятиокиси фосфора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы для анализа рутилового концентрата

Тигли кварцевые вместимостью 50 см³.

Тигли фарфоровые низкие № 4.

Колбы мерные вместимостью 50 и 100 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки вместимостью 25 см³ без делений.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100 см³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Титана двуокись марки ОС. Ч. 6—2.

Раствор сернокислого титана; готовят следующим образом: четыре навески двуокиси титана по 0,5 г каждая и по 5 г пиросернокислого калия помещают в четыре кварцевых тигля и сплавляют при температуре 750—800°С в муфельной печи до получения прозрачных плавов. Плавы охлаждают и каждый из них растворяют в 50—70 см³ серной кислоты, разбавленной 1:20 при температуре 50—60 °С. Растворы охлаждают и сливают в одну мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают той же кислотой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,004 г двуокиси титана.

5.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы при анализе цирконового концентрата

Тигли платиновые вместимостью 30 см³.

Чашки платиновые вместимостью 75 см³.

Бюретка вместимостью 10 см³.

Пипетки вместимостью 5 см³ с делениями.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 300 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 25 и 250 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с молярной концентрацией 3 моль/дм³.

Натрий тетраборнокислый 10-водный (бура) по ГОСТ 4199—76.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Смесь углекислого натрия и прокаленной буры в отношении 3:2.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³ готовят следующим образом: 0,1 г фенолфталеина растворяют в 70 см³ этилового спирта в мерной колбе вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Циркония хлорокись; раствор сернокислого циркония готовят следующим образом: навеску хлорокиси циркония массой 13,1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, смачивают 10 см³ воды, приливают 25 см³ серной кислоты и упаривают до начала выделения паров. Раствор охлаждают, приливают 5 см³ воды и снова упаривают до паров серной кислоты. После охлаждения содержимое стакана разбавляют 250 см³ воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³, объем раствора доводят до метки водой и перемешивают.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³ готовят, как указано в п. 2.1.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. **Проведение анализа**

5.2.1. Анализ рутилового концентрата

Метод основан на образовании восстановительного фосфорно-титано-молибденового гетерополикомплекса, окрашенного в синий цвет, в присутствии восстановителя аскорбиновой кислоты. Определение проводят без отделения элемента основы — титана.

5.2.1.1. Навеску пробы массой 0,05 г помещают в кварцевый **или фарфоровый тигель, добавляют 3 г пиросернокислого калия и** 3—5 капель серной кислоты, смесь расплавляют в муфельной печи при 500—600 °С, перемешивают вращательным движением тигля и сплавляют при температуре 750—800 °С в течение 10—12 мин до получения прозрачного плава. После охлаждения к

содержимому тигля приливают 10—15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:20, и плав растворяют при умеренном нагревании. Раствор из тигля фильтруют через фильтр «белая лента», предварительно смоченный серной кислотой, разбавленной 1:20, в мерную колбу вместимостью 50 см³, обмывают тигель и фильтр той же кислотой. Общий объем серной кислоты, израсходованный на растворение плава и промывание, должен составлять 30—35 см³. К охлажденному раствору прибавляют пипеткой 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты (раствор тщательно перемешивают после добавления каждого реактива), доводят объем серной кислотой, разбавленной 1:20, до метки, раствор снова перемешивают и помещают на 15 мин в кипящую водяную баню.

После охлаждения измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтры с максимумом светопропускания при 760 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм от отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиокиси фосфора находят по градуировочному графику.

5.2.1.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят из бюретки 12 см³ раствора сернокислого титана, приливают из микробюретки 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ раствора пятиокиси фосфора (раствор Б), серной кислоты, разбавленной 1:20, до 30—35 см³, добавляют пипеткой по 5,0 см³ раствора молибденовокислого аммония и 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты. После добавления каждого реактива растворы тщательно перемешивают. Доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:20, снова перемешивают и помещают на 15 мин в кипящую водяную баню. Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 5.2.1.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиокиси фосфора (раствор Б).

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиокиси фосфора строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2.2. Анализ цирконового концентрата

Метод основан на реакции образования восстановленного тройного фосфорно-циркониево-молибденового комплекса, окрашенного в синий цвет, в присутствии аскорбиновой кислоты в ка-

честве восстановителя. Определение проводят без отделения элемента основы — циркония.

5.2.2.1. Навеску пробы массой 0,05 г помещают в платиновую чашку и сплавляют с 1 г смеси углекислого натрия и буры в муфельной печи при температуре 900—1000 °С в течение 7—10 мин до получения однородного плава. После охлаждения плава к содержимому чашки добавляют 25 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:20, и раствор нагревают до растворения солей. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора до 30 см³ серной кислотой, разбавленной 1:20, добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, стенки колбы обмывают раствором той же кислоты, тщательно перемешивают и добавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты.

Раствор в колбе доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:20, перемешивают и помещают на 15 мин на кипящую водяную баню.

После охлаждения раствора измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 760 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиокиси фосфора находят по градуировочному графику.

5.2.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ вводят пипеткой 8 см³ раствора двуокиси кремния, нейтрализуют по фенолфталеину раствором серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³, приливают 5 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³ и 3,3 см³ раствора сернокислого циркония, затем в колбы вводят из бюретки 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ раствора пятиокиси фосфора (раствор В). Растворы разбавляют серной кислотой, разбавленной 1:20 до объема 30 см³, добавляют по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и по 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты; растворы тщательно перемешивают после добавления каждого реактива; объем растворов доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:20, перемешивают и колбы помещают на 15 мин в кипящую баню. После охлаждения измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 5.2.2.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы за исключением раствора пятиокиси фосфора (раствор В).

По найденным значениям оптических плотностей и соответст-

вующим им массам пятиокиси фосфора строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. **Обработка результатов**

5.3.1. Массовую долю пятиокиси фосфора (X) в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиокиси фосфора, найденная по градуировочному графику, мг;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

5.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля пятиокиси фосфора, %	Допускаемое расхождение, %
0,05	0,01
0,15	0,02
0,30	0,03

gost.e-ecolog.ru