ГОСТ 14657.6—96
(ИСО 8556—86)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Метод определения оксида фосфора (V)

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом 99 «Алюминий», Всероссийским алюминиево-магниевым институтом (АО ВАМИ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Приложение А настоящего стандарта представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 8556—86 «Алюминиевые руды. Определение содержания фосфора. Спектрофотометрический метод молибденовой сини»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.6—96 (ИСО 8556—86) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.6—78

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Метод определения оксида фосфора (V)

Bauxite. Method for determination of phosphorus pentoxide content

Дата введения 1999—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает фотометрический метод определения оксида фосфора (V) при массовой доле от 0,025 % до 1 %.

Метод основан на разложении боксита смесью кислот или сплавлении с карбонатом натрия, удалении диоксида кремния фильтрованием, образовании молибденовой сини и измерении оптической плотности раствора при длине волны 720 нм. Желатин, если он присутствует в растворе, предварительно окисляют пероксидом водорода.

Спектрофотометрический метод молибденовой сини для определения фосфора в алюминиевых рудах по ИСО 8556 приведен в приложении А.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый. Технические условия
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 14657.0—96 (ИСО 8558—85) Боксит. Общие требования к методам химического анализа
ГОСТ 14657.2—96 (ИСО 6607—85) Боксит. Методы определения диоксида кремния

3 Общие требования

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.
Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1:1.
Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы 3:1, 1:1, 1:4 и с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм^3.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Издание официальное

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, водный раствор с массовой долей 6,25 % и раствор с массовой долей 0,7 % в растворе серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм^3.

Калий виннокислый кислый по ГОСТ 3654.

Сурьмы окись.

Калий сурьмяновиннокислый, раствор с массовой долей 0,35 %. При отсутствии реагента его готовят следующим образом:

28,2 г кислого виннокислого калия растворяют при кипячении в 600 см^3 воды, добавляют небольшими порциями 14,6 г окиси сурьмы. При получении непрозрачного раствора его отфильтровывают. Раствор охлаждают до температуры 0—5 °С и выдерживают при этой температуре в течение 2—3 ч. Затем полученные кристаллы фильтруют через плотный стеклянный фильтр и высушивают при температуре 100 °С.

Кислота сульфаминовая, раствор с массовой долей 10 %.

Смесь реакционная: 144 см^3 серной кислоты осторожно вливают в 300 см^3 воды. После охлаждения к раствору добавляют 100 см^3 раствора сульфаминовой кислоты, 200 см^3 раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 6,25 % и 100 см^3 раствора сурьмяновиннокислого калия. Раствор охлаждают, доливают водой до 1000 см^3 и перемешивают. Раствор хранят в темной посуде.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 1 и 10 %.

Раствор готовят перед применением.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Квасцы железоаммонийные, раствор с массовой долей 5 %:

5 г квасцов растворяют в воде, приливают 10 см^3 раствора серной кислоты 1:1 и воды до объема 100 см^3.

Стандартные растворы оксида фосфора (V).

Раствор А: 0,1917 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного в эксикаторе над серной кислотой, растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 1 см^3 серной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г оксида фосфора (V);

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г оксида фосфора (V).

5 Проведение анализа

5.1 При анализе «мягких» бокситов (содержащих гиббсит и бемит) пробу массой 1 г растворяют в стакане вместимостью 400 см^3 в смеси 10 см^3 соляной, 10 см^3 азотной кислот и 15 см^3 раствора серной кислоты 3:1. Раствор выпаривают досуха. После охлаждения к остатку добавляют 200 см^3 воды и 20 см^3 раствора серной кислоты 3:1, затем нагревают его до полного растворения солей.

5.2 При анализе «твердых» бокситов (содержащих диаспор) пробу массой 1 г помещают в платиновый тигель, хорошо перемешивают с 3 г углекислого натрия и сплавляют при температуре 1100 °С 20 мин. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют примерно 100 см^3 воды, 30—35 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом и нагревают на песчаной бане. После выщелачивания содержимого тигля его вынимают из стакана и ополаскивают водой. К полученному раствору добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты 1:1 и выпаривают до появления паров серной кислоты и еще 20 мин.

После охлаждения к остатку прибавляют 200 см^3 воды, 20 см^3 раствора серной кислоты 3:1 и нагревают до полного растворения солей.

5.3 После того как раствор, полученный согласно 5.1 или 5.2, станет прозрачным, его фильтруют через фильтр «Белая лента», собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Осадок промывают 6—7 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, затем остаток прокаливают при температуре 900 °С 10 мин. К остатку после охлаждения добавляют 3—4 капли раствора серной кислоты 1:1, 5 см^3 раствора фтористоводородной кислоты, осторожно выпаривают досуха и снова прокаливают. После охлаждения остаток сплавляют с 1 г

пиросернокислого калия, затем выщелачивают раствором серной кислоты 1:4, охлаждают и объединяют с исходным раствором. Мерную колбу доливают водой до метки и перемешивают содержимое колбы.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора объемом 20 см³ при массовой доле оксида фосфора (V) до 0,2 % или 10 см³ — при массовой доле оксида фосфора (V) свыше 0,2 %. Аликвотную часть объемом 10 см³ разбавляют водой до 20 см³. К раствору добавляют раствор аммиака до начала выпадения осадка (pH 5—6), быстро разбавляют водой до объема примерно 80 см³. Из бюретки добавляют 4 см³ реакционной смеси, перемешивают, добавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 10 %, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют через 15 мин на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 720 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По оптической плотности испытуемого раствора определяют массу диоксида фосфора (V).

5.4 Для анализа используют также раствор, полученный после определения диоксида кремния гравиметрическим методом по ГОСТ 14557.2. Из этого раствора в зависимости от массовой доли оксида фосфора (V) отбирают аликвотную часть 10—20 см³, помещают в коническую колбу вместимостью 150 см³, добавляют 1 см³ раствора пероксида водорода, разбавляют водой до объема 35—40 см³, накрывают часовым стеклом и кипятят 20—30 мин. Полученный раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, нейтрализуют аммиаком по бумаге конго до перехода окраски в красный цвет, приливают при перемешивании 10 см³ молибдата аммония с массовой долей 0,7 %, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 1 %, воду до объема 80—90 см³, 1 см³ раствора сурьмяновиннокислого калия, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют через 15 мин на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, учитывая, что максимум светопоглощения раствора соответствует длине волны 720 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Для этого аликвотную часть раствора контрольного опыта, полученного после определения диоксида кремния гравиметрическим методом по ГОСТ 14657.2, помещают в коническую колбу вместимостью 150 см³, приливают 1 см³ железоаммонийных квасцов, 1 см³ пероксида водорода и далее ведут анализ, как указано выше.

5.5 Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая отбирают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,00010 г оксида фосфора (V). Далее поступают, как указано в 5.3 и 5.4, используя в качестве раствора сравнения раствор, не содержащий стандартного раствора оксида фосфора (V). По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам оксида фосфора (V) строят градуировочный график.

6 Обработка результатов

6.1 Массовую долю оксида фосфора (V), X, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса оксида фосфора (V), найденная по градуировочному графику, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

V — общий объем раствора, см³;

m — масса навески боксита, г.

6.2 Результаты анализа рассчитывают до третьего и округляют до второго десятичного знака.

6.3 Допускаемые расхождения результатов и параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля оксида фосфора (V) в боксите, %	Допускаемое расхождение, % абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 0,025 до 0,05 включ.	0,01	0,02
Св. 0,05 » 0,10 »	0,02	0,03
» 0,10 » 0,30 »	0,04	0,06
» 0,30 » 1,00 »	0,07	0,09

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Спектрофотометрический метод молибденовой сини для определения фосфора в алюминиевых рудах (ИСО 8556)

А.1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод молибденовой сини для определения фосфора в алюминиевых рудах.

Метод применим для алюминиевых руд с массовой долей фосфора от 0,01 % до 5 % в пересчете на оксид фосфора (V). Присутствие мышьяка в пробе не влияет на результаты определения.

А.2 Ссылка

ГОСТ 14657.0—96 (ИСО 8558—85) Боксит. Общие требования к методам химического анализа

А.3 Сущность метода

Разложение навески одним из следующих способов:

1) обработкой смесью соляной, азотной и серной кислот.

Примечание — Этот метод рекомендуется для руд, содержащих гиббсит и (или) бемит, а также, если остаток после растворения навески пробы и после выделения диоксида кремния составляет менее 1 % массы навески;

2) спеканием с пероксидом натрия с последующим кратковременным сплавлением, растворением плава серной кислотой.

Примечание — Этот метод рекомендуется для руд, содержащих диаспор, а также если остаток после растворения навески пробы составляет более 1 % массы навески.

Обезвоживание диоксида кремния, растворение солей, фильтрование и прокаливание диоксида кремния, загрязненного примесями.

Удаление диоксида кремния выпариванием с фтористоводородной и серной кислотами. Сплавление с карбонатом натрия и тетраборатом натрия, растворение соляной кислотой и присоединение к основному раствору.

Добавление молибдата для превращения фосфата в фосфорно-молибденовый комплекс и восстановление аскорбиновой кислотой до молибденовой сини. Спектрофотометрическое измерение поглощения комплекса молибденовой сини при длине волны приблизительно 710 нм.

А.4 Реактивы

Для анализа применяют только реактивы квалификации ч. д. а., дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

А.4.1 Пероксид натрия (Na_2O_2), порошок.

Примечание — Пероксид натрия должен храниться в сухом месте. Не допускается использовать реактив с признаками агломерации.

А.4.2 Смесь карбоната натрия и тетрабората натрия.

Смешивают безводный карбонат натрия (Na_2CO_3) и безводный тетраборат натрия ($Na_2B_4O_7$) в соотношении 3:1 (по массе).

А.4.3 Серная кислота (ρ_{20} = 1,84 г/см^3), разбавленная 1:1.

А.4.4 Серная кислота (ρ_{20} = 1,84 г/см^3), разбавленная 1:9.

А.4.5 Фтористо-водородная кислота, 40 %-ный раствор (по массе) (ρ_{20} = 1,38 г/см^3) или 48 %-ный раствор по массе (ρ_{20} = 1,18 г/см^3).

А.4.6 Бромистоводородная кислота, 40 %-ный раствор по массе (ρ_{20}=1,38 г/см^3) или 47 %-ный раствор по массе (ρ_{20} = 1,48 г/см^3).

А.4.7 Смесь кислот.

В стакан вместимостью 1000 см^3 отмеряют 225 см^3 воды и добавляют осторожно при перемешивании

175 см^3 серной кислоты (А.4.3). Охлаждают и добавляют 150 см^3 соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 г/см^3) и 50 см^3 азотной кислоты (ρ_{20} = 1,41 г/см^3).

Раствор следует готовить непосредственно перед использованием, выливают неиспользованный раствор, обильно смывая стакан водой.

А.4.8 Аскорбиновая кислота ($C_6H_8O_6$), раствор 2 г/дм^3.

Раствор готовят перед использованием.

А.4.9 Дисульфит динатрия (натрий пиросернистокислый) ($Na_2S_2O_5$), раствор 150 г/дм^3.

Раствор готовят перед использованием.

А.4.10 Молибдат натрия ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$), раствор 50 г/дм^3.

А.4.11 Висмут, раствор.

Растворяют 4,25 г сульфата висмута $Bi_2(SO_4)_3$ (спецификация 90 %) или 2,80 г карбоната висмута (90 % $Bi_2(CO_3)_3$) в 280 см^3 серной кислоты (А.4.3) и нагревают до полного растворения соли. Охлаждают до комнатной температуры, переливают в колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 2,5 мг Bi_2O_3.

А.4.12 Фосфор, стандартный раствор, содержащий 0,02 г оксида фосфора (V) в 1 дм^3.

Высушивают несколько сотен миллиграмм дигидроортофосфата калия KH_2PO_4 при температуре 105 °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе.

Растворяют 0,192 г высушенной соли в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 с одной меткой, разбавляют водой до метки и перемешивают. Отбирают 25 см^3 этого раствора в мерную колбу вместимостью 250 см^3 с одной меткой, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора содержит 0,02 мг оксида фосфора.

А.5 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и указанная в А.5.1—А.5.7.

А.5.1 Поддоны из инертного материала с размерами, достаточными для размещения необходимого количества пробы слоем плотностью 5 мг/мм^2.

А.5.2 Печь с электрическим нагревом, обеспечивающая температуру нагрева (105±5) °С.

Примечание — Чтобы проверить равномерное распределение требуемой температуры по всему объему печи, а не только около датчика, в печь устанавливают обычное количество поддонов и измеряют температуру у каждого из них.

А.5.3 Муфельная печь, обеспечивающая температуру нагрева от 480 до 1000 °С и более.

А.5.4 Циркониевые тигли вместимостью приблизительно 40 см^3 для разложения спеканием.

А.5.5 Платиновые тигли для обработки осадка по А.7.5.3.

А.5.6 Эксикатор, содержащий в качестве осушителя либо свежий тетраоксохлорат магния, либо активированный глинозем.

Примечания

1 Активированный глинозем следует активировать нагреванием при (300±10) °С в течение 12 ч.

2 При удалении тетраоксохлората магния его смывают обильным количеством воды.

А.5.7 Спектрофотометр, предназначенный для измерения абсорбции в области длины волны 710 нм.

А.6 Отбор и подготовка проб

А.6.1 Лабораторные пробы отбирают и измельчают до размера частиц 150 мкм в соответствии с методами, изложенными в соответствующих стандартах.

А.6.2 Приготовление аналитической пробы

Аналитическую пробу готовят путем высушивания ее в печи согласно методике, изложенной в ГОСТ 14657.0.

А.7 Проведение анализа

А.7.1 Число определений

Проводят два независимых параллельных определения для каждой пробы.

Примечание — «Независимые параллельные определения» — определения, проведенные разными лаборантами или, в случае невозможности замены лаборантов, с перерывом между определениями.

А.7.2 Навеска

Взвешивают с точностью до 0,001 г приблизительно 1 г аналитической пробы, полученной согласно разделу А.6.

А.7.3 Холостой опыт

Параллельно с разложением навески приготавливают раствор холостого опыта согласно методике разложения, но без навески. Если анализируется одновременно несколько проб, то проводят один холостой опыт при условии, что опыт проводится по той же методике и с реактивами из тех же сосудов.

А.7.4 Контрольный опыт

Одновременно с анализом пробы проводят анализ стандартного образца с известным содержанием фосфора в тех же условиях.

Примечание — Стандартный образец должен быть того же типа, что и анализируемая проба. Стандартный образец не может считаться образцом того же типа, если свойства анализируемой пробы отличаются от свойств стандартного образца до такой степени, что процесс анализа должен претерпеть значительные изменения.

А.7.5 Определение

А.7.5.1 *Разложение навески*

Если применяют кислотное разложение, то используют методику, описанную в А.7.5.1.1. При разложении спеканием, применяют методику, описанную в А.7.5.1.2.

А.7.5.1.1 *Кислотное разложение*

Навеску (А.7.2) помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$. Смачивают водой и добавляют 60 $см^3$ свежеприготовленной смеси кислот (А.4.7). Закрывают стакан и нагревают при температуре около 80 °С до разложения навески (примечание 1).

После прекращения выделения бурых паров тщательно ополаскивают крышку и стенки стакана. Выпаривают открытый раствор до густых паров серной кислоты. Закрывают стакан крышкой и интенсивно нагревают в течение 60 мин на плитке, поддерживая температуру в растворе (210±10) °С (примечание 2).

Примечания

1 При высоком содержании железа (более 15 % по массе Fe_2O_3) начальное нагревание проб должно проводиться в течение более длительного времени.

2 Температуру раствора определяют, сравнивая с температурой, которую показывает термометр, частично погруженный (на 10 мм) в другой сосуд, содержащий серную кислоту (ρ_{20} = 1,84 г/$см^3$).

А.7.5.1.2 *Разложение щелочным спеканием*

Предостережение. При этом разложении необходимо одевать защитные очки.

Навеску (А.7.2) помещают в сухой циркониевый тигель (А.5.4), добавляют 10 г пироксида натрия (А.4.1) и тщательно перемешивают сухим металлическим шпателем. Помещают в муфельную печь (А.5.3), обеспечивающую температуру нагрева 480—500 °С, на 45 мин. Вынимают тигель с содержимым из печи, нагревают на горелке до расплавления спека (около 30 с). Продолжают нагревание плава при перемешивании круговыми движениями так, чтобы общее время нагрева составило 2 мин.

Дают тиглю остыть (для ускорения процесса можно использовать металлическую плиту). При необходимости очищают основание тигля влажной фильтровальной бумагой. Затем помещают его на бок в стакан вместимостью 400 $см^3$, накрывают крышкой и осторожно добавляют в стакан 140 $см^3$ серной кислоты (А.4.4). Добавляют 20 $см^3$ серной кислоты (А.4.3) и нагревают для выщелачивания содержимого тигля. Вынимают тигель, когда его содержимое полностью выщелачится, и обмывают.

Тщательно обмывают крышку и стенки стакана. Выпаривают открытый раствор до густых паров серной кислоты. Закрывают крышкой и интенсивно нагревают в течение 60 мин на плитке, поддерживая температуру в растворе (210±10) °С.

Примечание — Температуру раствора определяют, сравнивая с температурой, которую показывает термометр, частично погруженный (на 10 мм) в другой сосуд, содержащий серную кислоту (ρ_{20} = 1,84 г/$см^3$).

А.7.5.2 *Растворение и фильтрование*

Охлаждают раствор, полученный по А.7.5.1.1 или А.7.5.1.2, до температуры окружающей среды, осторожно добавляют 130 $см^3$ воды и нагревают при температуре 80—90 °С не менее 40 мин с перемешиванием до полного растворения солей. Фильтруют горячим через фильтр средней плотности, собирая фильтрат в мерную колбу с одной меткой вместимостью 250 $см^3$. Обмывают стакан водой, очищают его с помощью стеклянной палочки с резиновым наконечником и переносят осадок на фильтр. Промывают фильтр и осадок пять раз порциями горячей воды по 5—10 $см^3$. Сохраняют фильтрат и промывные воды. Оставляют фильтр с осадком и продолжают согласно А.7.5.3.

А.7.5.3 *Обработка осадка*

Переносят фильтр и осадок, полученный по А.7.5.2, в предварительно прокаленный и взвешенный

платиновый тигель (А.5.5). Высушивают, медленно озоляют, а затем прокаливают фильтр, увеличивая температуру в муфельной печи до 600—700 °С. Охлаждают тигель и смачивают осадок несколькими каплями воды. Добавляют 5 капель серной кислоты (А.4.3) и, в зависимости от содержания диоксида кремния, от 5 до 15 $см^3$ фтористоводородной кислоты (А.4.5). Тщательно выпаривают в вытяжном шкафу досуха для удаления диоксида кремния и серной кислоты. Охлаждают тигель в эксикаторе (А.5.6) и взвешивают его. Определяют массу осадка, чтобы убедиться, что требования раздела выполнены.

Добавляют (0,7±0,1) г смеси (А.4.2). Сплавляют при температуре 1000 °С в течение 4—5 мин в муфельной печи, перемешивают плав и вновь помещают в муфельную печь на 1—2 мин.

Охлаждают тигель, добавляют 10 $см^3$ серной кислоты (А.4.4) и нагревают до растворения плава. Присоединяют раствор к фильтрату (А.7.5.2), обмыв тигель водой. Охлаждают до температуры окружающей среды, разбавляют водой до метки и перемешивают. Это будет анализируемый раствор.

А.7.5.4 *Обработка анализируемого раствора*

При содержании P_2O_5 от 0,01 % до 1 % по массе отбирают пипеткой аликвотные части непосредственно из анализируемого раствора.

При содержании P_2O_5 от 1 % до 5 % по массе отбирают пипеткой 10 $см^3$ анализируемого раствора в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 $см^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают. Это будет разбавленный анализируемый раствор.

Переносят в стакан вместимостью 150 $см^3$ аликвотную часть анализируемого раствора (или разбавленного анализируемого раствора), отобранного согласно таблице А.1, и добавляют, если необходимо, серной кислоты (А.4.3) согласно таблице А.1.

Таблица А.1 — Аликвотные части анализируемого раствора

Массовая доля P_2O_5, %	Используемые растворы	Аликвотная часть, $см^3$	Объем добавляемой кислоты, $см^3$
0,01—0,5	Анализируемый раствор	20	0
0,5 —1,0	То же	10	1,25
1,0 —5,0	Разбавленный анализируемый раствор	20	2,25

Добавляют 5 $см^3$ бромистоводородной кислоты (А.4.6) (см. примечание), нагревают раствор до выделения густых белых паров, охлаждают и добавляют 50 $см^3$ воды. Нагревают до кипения для растворения солей, затем выпаривают до объема приблизительно 30 $см^3$.

Примечание — Бромистоводородная кислота применяется для удаления мышьяка. Если содержание мышьяка незначительно, то можно обойтись без добавления бромистоводородной кислоты и выпаривания до выделения паров.

А.7.5.5 *Спектрофотометрическое измерение*

Вливают раствор в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 $см^3$, обмыв стакан водой (общий объем не должен превышать 50 $см^3$). Добавляют 10 $см^3$ раствора пиросернистокислого натрия (А.4.9), перемешивают и помещают в сосуд с кипящей водой точно на 5 мин. Добавляют 10 $см^3$ раствора висмута (А.4.11) и охлаждают до 30—35 °С. Добавляют 5 $см^3$ раствора молибдата натрия (А.4.10) в центр раствора, избегая какого-либо контакта со стенками колбы. Обмывают горло колбы 5 $см^3$ воды, перемешивают и сразу же добавляют 10 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты (А.4.8). Разбавляют водой до метки и перемешивают.

Оставляют на 25 мин при температуре окружающей среды, измеряют абсорбцию анализируемого раствора по отношению к воде в кюветах соответствующего размера. Если абсорбция контрольного опыта превышает 0,1, проверяют реактивы на загрязненность фосфором и заменяют их или очищают при необходимости.

Примечание — Как правило, предпочтительны кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм. Если абсорбция меньше чем 0,05, рекомендуется пользоваться кюветами с толщиной слоя 20 мм.

Пик поглощения, подходящий для измерения, находится в области длины волны 710 нм.

А.7.6 Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 100 $см^3$ помещают различные объемы: 0; 5,00; 10,00; 15,00 и 20,00 $см^3$ стандартного раствора фосфора (А.4.12).

Добавляют 2,5 $см^3$ серной кислоты (А.4.2), 40 $см^3$ воды и кипятят в течение 5 мин. Частично охлаждают, затем переносят растворы в мерные колбы с одной меткой вместимостью 100 $см^3$, обмывают стаканы водой, но окончательный объем не должен превышать 50 $см^3$.

Добавляют 10 $см^3$ раствора пиросернистокислого калия (А.4.9), а затем проводят образование и последующее спектрофотометрическое измерение комплекса молибденовой сини, как описано в А.7.5.5.

Строят градуировочный график в виде зависимости абсорбции при толщине поглощающего слоя 10 мм от количества оксида фосфора (V), в миллиграммах до третьей значащей цифры.

Примечание — В качестве руководства к применению метода дается следующая информация:

0,200 мг P_2O_5 в конечном растворе при измерении абсорбции при длине волны 710 нм при толщине поглощающего слоя 10 мм с поправкой на абсорбцию контрольного опыта имеет поглощение 0,440.

А.8 Обработка результатов

А.8.1 Массовую долю, %, оксида фосфора (V), %, вычисляют по формуле

$$\frac{m_2}{m_1} \cdot \frac{25}{V} \cdot f,$$

где m_1 — масса навески (А.7.2);

m_2 — масса оксида фосфора (V), содержащегося в аликвотной части анализируемого раствора или разбавленного анализируемого раствора (А.7.5.4), определяемая по градуировочному графику после поправки на контрольный опыт при толщине поглощающего слоя 10 мм, мг;

f — коэффициент разбавления, равный 10, если производилось разбавление анализируемого раствора;

V — объем аликвотной части анализируемого раствора или разбавленного анализируемого раствора (А.7.5.4), $см^3$.

А.8.2 Общая обработка результатов

А.8.2.1 *Точность*

Плановое опробывание методики проводилось девятью странами с участием тринадцати лабораторий. Рассчитанные сходимость, воспроизводимость и индекс воспроизводимости приведены в таблице А.2.

Таблица А.2 — Точность определения фосфора

Проба	Средняя массовая доля оксида фосфора, %	Компоненты стандартного отклонения, %		Индекс воспроизводимости $2S$
		Сходимость S_w	Воспроизводимость S_b	
МТ/12/6	0,056	0,005	0,003	0,011
МТ/12/9	0,381	0,007	0,013	0,030
МТ/12/12	0,558	0,007	0,008	0,021
МТ/12/7	3,692	0,057	0,080	0,196

А.8.2.2 *Критерии оценки результатов анализа (приложение Б)*

Результат анализа пробы принимают, если результат анализа стандартного образца отличается от его паспортного значения в пределах значения индекса воспроизводимости (таблица А.2), а расхождение между двумя результатами параллельных определений для анализируемой пробы не превышает 2,77 S_w (таблица А.2).

Если результат анализа стандартного образца находится за пределами индекса воспроизводимости, то необходимо провести одновременно анализ одной анализируемой пробы, одного стандартного образца и одного холостого опыта. Результат анализа стандартного образца должен быть рассмотрен для принятия результатов анализа анализируемой пробы, как указано выше.

Если результат анализа стандартного образца находится за пределами индексов воспроизводимости, то проводят анализ другого стандартного образца того же типа руды, пока не будут получены два приемлемых результата.

Если расхождение между двумя результатами анализа анализируемой пробы превышает 2,77 S_w, необходимо провести дополнительный анализ одной анализируемой пробы, одного холостого опыта и одного стандартного образца того же типа руды. Принятие получаемого дополнительного результата анализа анализируемой пробы должно зависеть в каждом случае от принятия результатов анализа стандартного образца.

А.8.2.3 *Расчет окончательного результата*

Окончательный результат является среднеарифметическим значением принятых результатов анализа, рассчитанных с точностью до четвертого десятичного знака и округленных до второго десятичного знака следующим образом:

1) если цифра третьего десятичного знака меньше 5, она отбрасывается, а цифра второго десятичного знака остается без изменения,

2) если цифра третьего десятичного знака 5, в четвертый десятичный знак любая цифра, кроме 0, или если цифра третьего десятичного знака больше 5, цифра второго десятичного знака увеличивается на единицу;

3) если цифра третьего десятичного знака 5, а четвертый десятичный знак 0, цифру 5 отбрасывают, а цифра второго десятичного знака остается без изменения, если она 0, 2, 4, 6 или 8, и увеличивается на единицу, если она 1, 3, 5, 7 или 9.

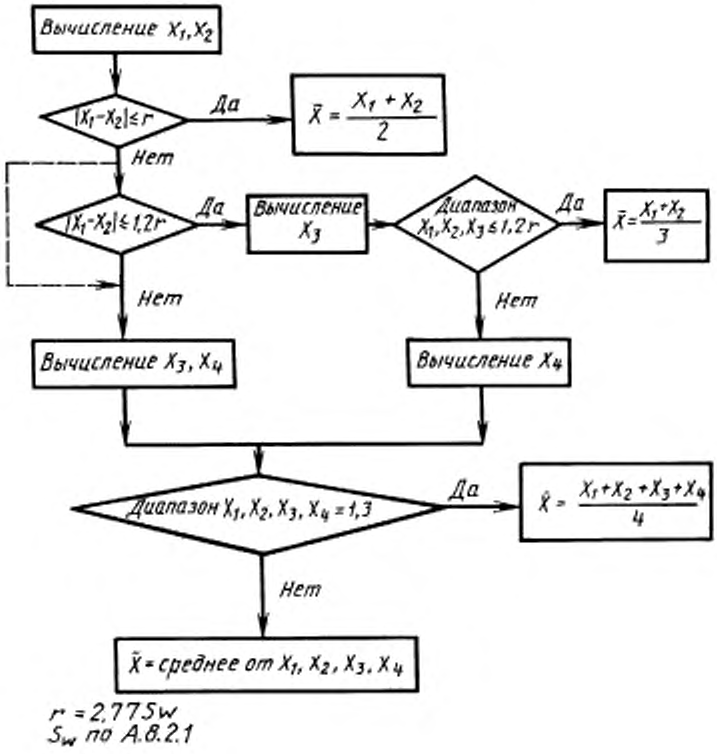
А.9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующее:

1) данные, необходимые для характеристики пробы;
2) ссылку на данный стандарт;
3) результат анализа;
4) порядковый номер результатов анализа;
5) другие характерные особенности, отмеченные в ходе анализа, и другие операции, не предусмотренные данным стандартом, которые могут влиять на результаты анализа.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Схема утверждения результатов анализа



МКС 73.060 А39 ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, испытания, оксид фосфора

gost.e-ecolog.ru