

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

УГЛИ КАМЕННЫЕ И КОКС

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

ГОСТ 1932—82
(СТ СЭВ 2228—80)

Издание официальное

Цена 5 коп.

gost.e-ecolog.ru

НЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

УДК 622.333 : 546.18.06 : 006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УГЛИ КАМЕННЫЕ И КОКС

Методы определения фосфора

Hard coals and coke. Methods for determination of phosphorus

ГОСТ 1932—82

(СТ СЭВ 2228—80)

ОКСТУ 0709, 0309

Срок действия с 01.07.83
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на каменные угли, кокс и полукокс и устанавливает объемный, гравиметрический и фотоколориметрический методы определения фосфора в золе, полученной после их сжигания в диапазоне массовой доли фосфора от 0,01 до 0,10%.

При возникновении разногласий определение фосфора производят фотоколориметрическим методом Б.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовка проб для лабораторных испытаний угля по ГОСТ 10742—71, кокса — по ГОСТ 23083—78.

1.2. Пробу кокса озоляют по СТ СЭВ 493—77, угля — по ГОСТ 11022—75. Полученную золу измельчают в агатовой ступке до крупности не более 0,06 мм.

2. ОБЪЕМНЫЙ И ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОДЫ

2.1. Сущность методов

Методы основаны на удалении кремнезема из золы угля или кокса путем выпаривания или осаждения и последующем осаждении фосфора при помощи молибденового реактива в виде фосфоро-молибденовокислого аммония.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1988

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электрошкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до (200±3)°С.

Весы с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Баня песочная.

Баня водяная.

Тигель платиновый с крышкой вместимостью 30—50 см³.

Воронка ВФ—1—32(40)—ПОР40 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Ступка агатовая или из углеродистого вольфрама.

Чашка выпарительная 4 по ГОСТ 9147—80.

Фильтры средней плотности и плотные.

Колбы Кн—2—250—ТХС, Кн—2—500—ТХС по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н—1—400ТС по ГОСТ 25336—82.

Аммония гидроокись, раствор 0,1 г/см³.

Калия нитрат, раствор 0,01 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор 0,4 г/см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 0,1 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Аммония нитрат, раствор 0,03 г/см³.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69.

Молибденовый реактив готовят следующим образом: в 1360 см³ воды комнатной температуры растворяют 54,0 г нитрата аммония, 52,6 г лимонной кислоты, 68,0 г молибдата аммония и добавляют раствор азотной кислоты (253 см³ азотной кислоты растворяют в 310 см³ воды). Для получения прозрачного раствора прибавляют несколько капель насыщенного раствора двузамещенного фосфата аммония, затем раствор подогревают и поддерживают в кипящем состоянии в течение 10 мин. По истечении этого времени раствор оставляют на 12 ч до получения прозрачного раствора. Прозрачный раствор хранят в бутыли из темного стекла.

Полученный реактив стабильный и может храниться около 5 мес.

Аммония молибдат.

Аммония фосфат двузамещенный.

Феноловый красный.

Бромтимоловый синий.

Известь натронная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 0,1 моль/дм³.

Комбинированный индикатор, растворы:

Готовят растворы А и Б.

Раствор А: навеску 0,1 г фенолового красного растирают в ступке с 10 см³ раствора гидроокиси натрия 0,1 моль/дм³, пере-

носят, смывая водой, в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до объема примерно 240 см³ и добавляют раствор гидроокиси натрия 0,1 моль/дм³ в таком количестве, чтобы получить изменение окраски раствора. Устанавливают pH раствора до 7,5 раствором азотной кислоты 0,1 моль/дм³ и доливают дистиллированной водой до метки.

Раствор Б: 0,1 г бромтимолового синего растирают в ступке с 10 см³ раствора гидроокиси натрия 0,1 моль/дм³ и далее поступают так же, как при подготовке раствора А.

Комбинированный индикатор получают путем смешивания 40 см³ раствора А и 25 см³ раствора Б. Индикатор употребляют в количестве 0,5 см³ на 100 см³ титруемого раствора.

Фенолфталеин, раствор 0,002 г/см³ в растворе этилового спирта 0,7 г/см³.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—87, растворы 0,7 и 0,95 г/см³.

Калия фосфат однозамещенный по ГОСТ 4198—75, основной раствор: 4,396 г предварительно высушенного в течение 1 ч при температуре 110°С фосфата калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доливают до метки. 1 см³ этого раствора соответствует 0,001 г фосфора.

Все применяемые реактивы должны иметь степень чистоты ч.д.а. Для приготовления растворов и проведения определения используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение испытания

2.3.1. В зависимости от предполагаемой массовой доли фосфора отбирают две навески массой 0,5 г каждая при массовой доле фосфора в золе свыше 0,5% и 1 г — при массовой доле фосфора до 0,5%.

Взвешивание проводят с погрешностью не более 0,0002 г.

2.3.2. Из навески золы угля или кокса удаляют кремнезем методом выпаривания или осаждения.

При удалении кремнезема методом выпаривания навеску золы помещают в платиновый тигель, добавляют 10 см³ азотной кислоты и 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают до получения сухого остатка, подогревая его в песчаной бане при температуре 100°С, избегая кипения. Затем снова добавляют 10 см³ азотной кислоты и 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты и выпаривание повторяют. Во время выпаривания тигель должен быть прикрыт крышкой во избежание разбрызгивания и пересушивания осадка.

К сухому остатку добавляют 15 см³ азотной кислоты и выпаривают содержимое тигля до объема 7 см³. При неполном растворении сухого остатка выпаривание повторяют дважды.

Содержимое тигля переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, смывая дистиллированной водой таким образом,

чтобы количество раствора не превышало 80 см³. Колбу прикрывают часовым стеклом и кипятят в течение 15 мин.

Содержимое колбы фильтруют через плотный фильтр в химический стакан вместимостью 400 см³. Фильтр промывают дистиллированной водой до тех пор, пока 10 см³ последнего фильтрата при добавлении одной капли раствора гидроокиси натрия и двух капель комбинированного индикатора позволяют получить неисчезающую лиловую окраску. Конечный объем фильтрата не должен превышать 250 см³. Полученный раствор выпаривают до объема около 50 см³.

При удалении кремнезема методом осаждения, навеску золы помещают в фарфоровую чашку вместимостью 150 см³, добавляют 40 см³ соляной кислоты и 20 см³ азотной кислоты. Содержимое чашки осторожно выпаривают до получения сухого остатка, нагревая на водяной бане в течение 12 ч при температуре около 80°С. К сухому остатку вновь добавляют 20 см³ азотной кислоты и вторично выпаривают досуха. К остатку добавляют 10 см³ азотной кислоты и 50 см³ дистиллированной воды. Отфильтровывают от выделившегося кремнезема через фильтр средней плотности в химический стакан вместимостью 400 см³.

Остаток несколько раз промывают горячей водой, а фильтрат выпаривают до объема около 50 см³.

2.3.3. К фильтрату, полученному после удаления кремнезема, добавляют по каплям раствор гидроокиси аммония до начала осаждения гидроокисей железа и алюминия. Полученный осадок растворяют несколькими каплями азотной кислоты и добавляют еще 4 см³ этой кислоты. Раствор нагревают, не доводя до кипения, добавляют 80 см³ молибденового реактива и выдерживают при этой температуре от 3 до 5 мин. После образования осадка содержимое стакана выдерживают примерно в течение 2 ч при комнатной температуре.

2.3.4. При определении фосфора объемным методом осадок фильтруют через плотный фильтр и промывают раствором нитрата калия 0,01 г/см³ до нейтральной реакции: до получения неисчезающей лиловой окраски в последних 10 см³ фильтрата при добавлении к нему одной капли раствора гидроокиси натрия и двух капель комбинированного индикатора или розовой окраски при добавлении раствора фенолфталеина.

Учитывая растворимость промываемого осадка, необходимо использовать минимальное количество раствора и следить за тем, чтобы осадок на фильтре был постоянно влажным. Фильтр с осадком переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³ и растворяют осадок в растворе гидроокиси натрия, добавляя раствор до требуемого, а затем с избытком. Содержимое колбы разбавляют 100 см³ свежепрокипяченной охлажденной водой, колбу

закрывают пробкой, снабженной термометром и трубкой, наполненной свежей натронной известью, и подогревают до температуры 40°С, постоянно перемешивая. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры и титруют избыток раствора гидроокиси натрия раствором азотной кислоты в присутствии комбинированного индикатора до перехода лиловой окраски в желтую или в присутствии раствора фенолфталеина — до исчезновения розовой окраски.

Одновременно таким же способом проводят контрольный опыт, используя применяемые для определения реактивы без навески топлива. Количество раствора гидроокиси натрия, израсходованного при проведении определения, принимают за поправку.

2.3.5. При определении фосфора гравиметрическим методом содержимое стакана после осаждения по п. 2.3.3. оставляют стоять на 2,5 ч при комнатной температуре, периодически помешивая. Затем фосфомолибдат осаждают, фильтруют через предварительно высушенную при температуре 180—200°С и взвешенную фильтрующую воронку, промывают четыре раза 15 см^3 разбавленной азотной кислотой (плотностью 1,2 г/см^3), два раза 15 см^3 раствора нитрата аммония, два раза 5 см^3 воды, а затем два раза 3 см^3 раствора этилового спирта 0,95 г/см^3. Воронку с фосфомолибдатом сушат 30 мин при температуре 180—200°С; затем охлаждают в эксикаторе, заполненном свежим силикагелем или концентрированной серной кислотой, и взвешивают. Сушку повторяют до тех пор, пока масса остатка будет изменяться менее чем на 0,0002 г.

Проводят контрольный опыт как указано выше, только вместо навески золы применяют 2 см^3 основного раствора однозамещенного калия фосфата.

2.3.4.—2.3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю фосфора в золе (P^a) в процентах, определенную объемным методом, вычисляют по формуле

$$P^a = \frac{(V_1 - V_2 - V_3) \cdot 0{,}000135 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия 0,1 моль/дм^3, израсходованного для определения, см^3;

V_2 — объем раствора азотной кислоты 0,1 моль/дм^3, израсходованной для титрования избытка гидроокиси натрия, см^3;

V_3 — объем раствора гидроокиси натрия 0,1 моль/дм^3, израсходованного при проведении контрольного опыта, см^3;

0,000135 — масса фосфора, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия 0,1 моль/дм^3, г;

m — масса навески золы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2. Массовую долю фосфора в золе (P^a) в процентах, определенную гравиметрическим методом, вычисляют по формуле

$$P^a = \frac{0{,}0165 \cdot (m_1 - m_2 + 60{,}6 \cdot m_3) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески золы, г;

m_1 — масса фосфомолибдата аммония, г;

m_2 — масса фосфомолибдата аммония, определенная при контрольном опыте, г;

m_3 — вычисленная масса фосфора, содержащегося в объеме использованного основного раствора фосфата калия, г;

0,0165 — коэффициент пересчета массы фосфомолибдата аммония на фосфор (K).

$$60{,}6 = \frac{1}{K}.$$

2.4.3. Массовую долю фосфора в сухом угле или коксе (P^d) в процентах вычисляют по формуле

$$P^d = \frac{P^a \cdot A^d}{100},$$

где P^a — массовая доля фосфора в золе, полученной из проверяемой пробы, %;

A^d — массовая доля золы в сухой проверяемой пробе, %.

Полученный результат округляют до 0,001%.

2.4.4. Массовую долю фосфора определяют параллельно в двух навесках. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений в пределах допускаемых расхождений.

Расхождение между результатами двух параллельных определений, проведенных в одной лаборатории, не должно превышать при доверительной вероятности $P=0{,}95$ 10% от среднего арифметического этих результатов. Расхождение между результатами, полученными в двух разных лабораториях, не должно превышать при доверительной вероятности $P=0{,}95$ 15% от среднего арифметического этих результатов.

Если полученные результаты будут иметь расхождения более допускаемых, проводят третье определение и за окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух наиболее близких определений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений, то за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД А

3.1. Сущность метода

Метод основан на удалении кремнезема из золы с последующим восстановлением хлористым оловом желтой комплексной аммониевой соли молибденовофосфорной кислоты и определении оптической плотности полученного синего комплексного фосфорномолибденового раствора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоколориметр.

Электрошкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до (200±3)°С.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

Баня песочная.

Тигель платиновый с крышкой вместимостью около 30 см³.

Ступка агатовая или из вольфрамового сплава.

Колбы 2—100—2 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Фильтр плотный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор 0,4 г/см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы 0,1 и 0,2 г/см³.

Кислота соляная, раствор 0,2 г/см³.

Аммония молибдат, раствор 0,05 г/см³ в растворе серной кислоты 0,1 г/см³.

Натрия пиросульфат, раствор 0,04 г/см³.

Олово хлористое, стандартный раствор; готовят следующим образом: растворяют 40 г хлористого олова в 20 см³ соляной кислоты и затем разбавляют 100 см³ воды. Раствор следует хранить в сосуде из темного стекла.

Олово хлористое, рабочий раствор готовят следующим образом: 2,5 см³ стандартного раствора растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Раствор готовят в день определения.

Калия фосфат однозамещенный по ГОСТ 4198—75, основной раствор; готовят следующим образом: 4,3936 г предварительно высушенного в течение 1 ч при температуре 110°С фосфата калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки 1 см³ этого раствора соответствует 0,0001 г фосфора.

Калия фосфат однозамещенный, стандартный рабочий раствор; готовят следующим образом: 10 см³ основного раствора однозамещенного фосфата калия разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 100 см³. 1 см³ этого раствора соответствует 0,0001 г фосфора.

Все применяемые реактивы должны иметь степень чистоты ч.д.а.

Для приготовления растворов и проведения определения следует применять дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение испытания

3.3.1. В зависимости от предполагаемой массовой доли фосфора отбирают две навески массой 0,05 г каждая при массовой доле фосфора в золе свыше 0,5% и 0,1 г — при массовой доле фосфора до 0,5%.

Взвешивание проводят с погрешностью не более 0,0002 г.

3.3.2. Для приготовления раствора пробы навеску золы помещают в платиновый тигель, добавляют 2 см^3 азотной кислоты и 1 см^3 раствора фтористоводородной кислоты. Тигель закрывают крышкой, помещают в песчаную баню и выпаривают его содержимое до получения сухого остатка при температуре около 100°С, избегая кипения. Вновь добавляют 2 см^3 азотной кислоты и 1 см^3 раствора фтористоводородной кислоты и повторяют выпаривание. Затем добавляют 5 см^3 азотной кислоты и вновь выпаривают. Во время выпаривания тигель должен быть закрыт крышкой. Выпаривание проводят до прекращения выделения паров. Не следует пересушивать содержимое.

К сухому остатку добавляют 5 см^3 раствора серной кислоты 0,2 г/см^3, смывая ею стенки тигля, и оставляют до растворения примерно на 5 мин. Затем добавляют в тигель 15 см^3 воды и фильтруют его содержимое через плотный фильтр в колбу вместимостью 100 см^3, промывая малыми порциями воды. К фильтрату добавляют 2 см^3 раствора пиросульфата натрия, раствор кипятят до исчезновения запаха двуокиси серы. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки.

3.3.3. Для построения градуировочного графика в десять мерных колб вместимостью по 100 см^3 каждая вводят соответственно 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 и 10 см^3 стандартного рабочего раствора однозамещенного фосфата калия и доводят водой до метки. Подготовленные стандартные растворы соответствуют массовой доле фосфора от 0,0001 до 0,001 г в 100 см^3.

В другие десять мерных колб вместимостью по 100 см^3 каждая отмеряют по 20 см^3 предварительно подготовленных стандартных растворов, затем, придерживаясь очередности и тщательно перемешивая, добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты 0,2 г/см^3, 35 см^3 воды, 10 см^3 раствора молибдата аммония и 2 см^3 рабочего раствора хлористого олова. Содержимое колбы доводят водой до метки, перемешивают и оставляют на 15 мин при комнатной температуре. Измерение необходимо проводить через 15—20 мин после окрашивания раствора. Одновременно таким же способом готовят раствор сравнения (раствор контроль-

ного опыта), составленный из примененных для определения реактивов, не содержащих стандартного раствора. Определение оптической плотности проводят на фотоколориметре с красным светофильтром ($\lambda=700$ нм) в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20 мм.

В качестве фона применяют раствор сравнения.

По полученным десяти результатам оптической плотности строят градуировочный график, отмечая на оси абсцисс с делением 0,0001 г массовую долю фосфора в граммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. Для определения каждой точки градуировочного графика рассчитывают среднюю величину оптической плотности из трех параллельных определений.

Градуировочный график следует составлять раз в 5 мес, а также при изменении реактивов или приборов.

3.3.4. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вводят пипеткой 20 см^3 раствора испытуемой пробы. При испытании угля или кокса с большой массовой долей фосфора отбирают такое количество раствора пробы, чтобы он содержал не более чем 0,0002 г фосфора. Затем определение проводят как указано в п. 3.3.3.

Определение оптической плотности испытуемой пробы проводят аналогично построению градуировочного графика. Массовую долю фосфора в проверяемой пробе отсчитывают по градуировочному графику.

3.3.2—3.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю фосфора в золе (P^a) в процентах вычисляют по формуле

$$P^a=\frac{20\cdot a}{b\cdot m}\cdot 100,$$

где 20 — количество стандартного раствора фосфата калия, см^3;

a — массовая доля фосфора, отсчитанная по градуировочной кривой, г;

b — объем раствора пробы, использованный для колориметрического определения (обычно $b=20$ см^3, за исключением проб с большой массовой долей фосфора), см^3;

m — масса навески золы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. Массовую долю фосфора в сухой испытуемой пробе (P^d) в процентах вычисляют по формуле

$$P^d=\frac{P^a\cdot A^d}{100},$$

где P^a — массовая доля фосфора в золе, полученной из проверяемой пробы, %;

A^d — массовая доля золы в сухой испытуемой пробе, %.

Полученный результат округляют до 0,001%.

3.4.3. Массовую долю фосфора определяют параллельно в двух навесках. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений в пределах допускаемых расхождений.

Расхождение между результатами двух параллельных определений, проведенных в одной лаборатории, не должно превышать при доверительной вероятности $P=0,95$ 10% от среднего арифметического этих результатов. Расхождение между результатами, полученными в двух разных лабораториях, не должно превышать по доверительной вероятности $P=0,95$ 15% от среднего арифметического этих результатов.

Если полученные результаты будут иметь расхождения более допускаемых, проводят третье определение и за окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух наиболее близких определений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений, за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД Б

4.1. Сущность метода

Метод основан на озолении навески угля и кокса, обработке золы смесью серной и азотной кислот, отделении кремнезема фильтрованием и определении в фильтрате массовой доли фосфора путем измерения оптической плотности полученного синего молибденовофосфорного раствора.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до 1000°С. Печь должна иметь отверстия в задней стенке для обеспечения свободной циркуляции воздуха и для установки термопары.

Весы с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Шкаф сушильный с электрическим обогревом, с отверстиями для естественной вентиляции, с устойчивой температурой нагрева до 105—110°С.

Термопара с гальванометром для измерения температуры до 1000°С.

Фотоколориметр.

Плитка электрическая или горелка газовая.

Баня водяная.

Фильтр плотный.

Лодочки ЛЗ 3 по ГОСТ 9147—80.

Стакан В—1—100ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы 1—50—2, 1—100—2, 1—500—2, 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—1—1, 2—1—2, 2—1—5, 2—1—10, 2—1—25 по ГОСТ 20292—74.

Бюретки 1—2—10—0,05, 1—2—25—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры 1—10, 1—100 по ГОСТ 1770—74.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., 6 н. раствор. Нормальность раствора проверяют путем титрования раствором щелочи в присутствии индикатора метилового оранжевого.

Метиловый оранжевый.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х.ч.

Смесь азотной и серной кислот в соотношении 1 : 2.

Аммоний молибденовый по ГОСТ 3765—78, х. ч., раствор 0,01 г/см^3, приготовленный из перекристаллизованной соли. Перекристаллизацию проводят следующим образом: берут 200 г молибденовокислого аммония и растворяют его при 70—80°С в 300 см^3 дистиллированной воды. Нерастворившийся осадок отфильтровывают через плотный фильтр. К фильтрату добавляют $^1/_3$ (по объему) этилового спирта. Выпавший мелкокристаллический осадок чистого молибденовокислого аммония отфильтровывают и промывают на фильтре спиртом, после чего его высушивают на воздухе. Срок хранения раствора не более 20 дней.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, ч.д.а. или «чистый», раствор 0,001 г/см^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия по СТ СЭВ 1439—78 раствор 5 моль/дм^3.

Фенолфталеин, спиртовой раствор 0,005 г/см^3.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75. Стандартный рабочий раствор, готовят следующим образом: взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г 0,1756 г перекристаллизованного и высушенного фосфорнокислого калия, растворяют навеску в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм^3. 1 см^3 стандартного раствора соответствует 0,00004 г фосфора.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78, 0,1 г/см^3.

Спирт этиловый.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. Берут навеску массой около 1 г угля или около 0,5 г кокса, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г. Навеску

разравнивают по дну лодочки равномерным слоем толщиной 0,1—0,15 г на 1 $см^2$ площади при массе навески 1 г.

При массовой доле фосфора в коксе менее 0,005% берут навеску массой около 1 г.

4.4. Проведение испытания

4.4.1. Для построения градуировочного графика в девять мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ каждая вводят соответственно 1, 2, 3, 5, 7, 10, 12, 15 и 20 $см^3$ стандартного рабочего раствора однозамещенного фосфорнокислого калия, доводят водой до метки и перемешивают. Массовая доля фосфора в полученных растворах соответственно составит: 0,004; 0,008; 0,012; 0,020; 0,028; 0,040; 0,048; 0,060 и 0,080%. Массовая доля фосфора в стандартных растворах условно относится к 1 г угля или кокса.

Из мерных колб отбирают пипеткой по 10 $см^3$ стандартного раствора и переносят в мерные колбы вместимостью по 50 $см^3$. В каждую из колб добавляют 6 $см^3$ раствора серной кислоты концентрацией эквивалента 6 моль/$дм^3$ для создания соответственной кислотности. Затем добавляют из бюретки 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония и разбавляют содержимое колб водой до 35 $см^3$, тщательно перемешивают, добавляют 5 $см^3$ раствора сернокислого гидразина и вновь перемешивают. Колбы с растворами помещают в баню с кипящей водой, следя за тем, чтобы уровень воды в бане был выше уровня раствора в колбах. По истечении 6 мин колбы вынимают, охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Определение оптической плотности проводят в кюветах толщиной поглощающего слоя 10—30 мм на фотоколориметре с красным светофильтром (λ=700 нм). В качестве фона применяют раствор сравнения (раствор контрольного опыта), приготовленный из дистиллированной воды с добавлением к ней всех реактивов, за исключением однозамещенного фосфорнокислого калия.

По полученным девяти результатам оптической плотности строят градуировочный график, отмечая на оси абсцисс массовую долю фосфора в процентах, а на оси ординат — соотвествующие им значения оптической плотности.

Для определения каждой точки градуировочного графика рассчитывают среднюю величину оптической плотности из трех параллельных определений.

Градуировочный график следует составлять один раз в 5 мес., а также в случае изменения реактивов или приборов.

4.4.2. Для приготовления раствора пробы лодочку с озоленным остатком угля или кокса охлаждают и золу переносят в химический стакан вместимостью 100 $см^3$, тщательно смывают остатки золы 10 $см^3$ смеси азотной и серной кислот. Раствор подогревают, не допуская слишком бурной реакции. Нагревание продолжают

до посветления раствора и появления белых паров серного ангидрида.

Стакан осторожно охлаждают и постепенно приливают 7—10 см³ раствора сернокислого аммония и вновь нагревают. После появления густых обильных белых паров стакан снимают с горелки и охлаждают. Затем осторожно приливают около 20 см³ дистиллированной воды и кипятят в течение 3—5 мин.

К охлажденному до комнатной температуры раствору осторожно добавляют 20 см³ горячей дистиллированной воды и фильтруют через плотный фильтр для отделения кремнезема. Фильтр с осадком промывают 3—4 раза дистиллированной водой. Фильтрат вместе с промывными водами собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают до комнатной температуры, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Из мерной колбы отбирают пипеткой 10 см³ испытуемого раствора и переносят в другую мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют одну каплю раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия или калия до появления устойчивой окраски. Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры.

К раствору в мерной колбе постепенно добавляют раствор серной кислоты концентрацией эквивалента 6 моль/дм³ до обесцвечивания раствора и после этого прибавляют еще 6 см³ этой же кислоты. Затем из бюретки приливают 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, разбавляют водой до 35 см³, тщательно перемешивая, добавляют 5 см³ раствора сернокислого гидразина и вновь перемешивают. Колбу с раствором помещают в кипящую воду таким образом, чтобы уровень воды был выше, чем уровень раствора в колбе. По истечении 6 мин колбу вынимают, охлаждают до комнатной температуры, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Определение оптической плотности испытуемой пробы проводят аналогично построению градуировочного графика, используя в качестве раствора сравнения раствор контрольного опыта, приготовленный таким же способом, как испытуемый, но без навески топлива. Раствор сравнения (фон) не должен иметь голубого оттенка.

Примечание. Если после добавления в испытуемый раствор молибденовокислого аммония образуется настолько интенсивная окраска, что найденное значение оптической плотности и соответствующая ему процентная массовая доля фосфора превышают значение градуировочной кривой, поступают следующим образом: отбирают 5 см³ исходного раствора, который остался в мерной колбе вместимостью 100 см³, и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляя 5 см³ дистиллированной воды, и продолжают определение, как указано выше.

В этом случае найденную по градуировочному графику массовую долю фосфора следует увеличить вдвое.

4.4.1.—4.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю фосфора в угле и коксе находят по градуировочному графику по величине оптической плотности с учетом контрольной пробы.

При навеске кокса массой 0,5 г полученные результаты удваивают.

4.5.2. Массовую долю фосфора определяют параллельно в двух навесках. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений в пределах допускаемых расхождений.

Расхождение между результатами двух параллельных определений, проведенных в одной лаборатории, не должно превышать при доверительной вероятности $P=0{,}95$ 10% от среднего арифметического этих результатов. Расхождение между результатами, полученными в двух разных лабораториях, не должно превышать при доверительной вероятности $P=0{,}95$ 15% от средней арифметической этих результатов.

Если полученные результаты будут иметь расхождения более допускаемых, проводят третье определение и за окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух наиболее близких определений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений, за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. М. Харькина, канд. техн. наук (руководитель темы), **А. Ф. Кузниченко, Л. С. Цебрий, Л. И. Марич**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.01.82 № 349**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2228—80 и международному стандарту ИСО 622—81**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 1932—67**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2
ГОСТ 3652—69	2.2
ГОСТ 3765—78	4.2
ГОСТ 3769—78	4.2
ГОСТ 4198—75	2.2, 3.2 и 4.2
ГОСТ 4204—77	3.2, 4.2
ГОСТ 4328—77	2.2, 4.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2 и 4.2
ГОСТ 5841—74	4.2
ГОСТ 6709—72	4.2
ГОСТ 9147—80	2.2 и 4.2
ГОСТ 10484—78	2.2 и 3.2
ГОСТ 10742—71	1.1
ГОСТ 11022—75	1.1
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 20292—74	4.2
ГОСТ 23083—78	1.1
ГОСТ 25336—82	2.2

6. **Срок действия продлен до 01.07.93 Постановлением Госстандарта СССР от 16.12.87 № 4579**

7. **Переиздание (июнь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)**

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *Л. В. Сницарчук*

Сдано в наб. 03.06.88 Подп. в печ. 08.09.88 1,25 усл. п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 1,00 уч.-изд. л.
Тираж 2000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39. Зак. 1776.

Цена 5 коп.

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
		международное	русское
ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Длина	метр	m	м
Масса	килограмм	kg	кг
Время	секунда	s	с
Сила электрического тока	ампер	A	А
Термодинамическая температура	кельвин	K	К
Количество вещества	моль	mol	моль
Сила света	кандела	cd	кд
ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Плоский угол	радиан	rad	рад
Телесный угол	стерадиан	sr	ср

ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ, ИМЕЮЩИЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ

Величина	Единица			Выражение через основные и дополнительные единицы СИ
	Наименование	Обозначение		
		международное	русское	
Частота	герц	Hz	Гц	$с^{-1}$
Сила	ньютон	N	Н	$м \cdot кг \cdot с^{-2}$
Давление	паскаль	Pa	Па	$м^{-1} \cdot кг \cdot с^{-2}$
Энергия	джоуль	J	Дж	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2}$
Мощность	ватт	W	Вт	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3}$
Количество электричества	кулон	C	Кл	$с \cdot А$
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-1}$
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$м^{-2} кг^{-1} \cdot с^4 \cdot А^2$
Электрическое сопротивление	ом	Ω	Ом	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-2}$
Электрическая проводимость	сименс	S	См	$м^{-2} кг^{-1} \cdot с^3 \cdot А^2$
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Магнитная индукция	тесла	T	Тл	$кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Индуктивность	генри	H	Гн	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-2}$
Световой поток	люмен	lm	лм	кд · ср
Освещенность	люкс	lx	лк	$м^{-2} \cdot$ кд · ср
Активность радионуклида	беккерель	Bq	Бк	$с^{-1}$
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грэй	Gy	Гр	$м^2 \cdot с^{-2}$
Эквивалентная доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$м^2 \cdot с^{-2}$

gost.e-ecolog.ru