УДК 622.349.42 : 543.06 · 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Метод определения фосфора

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

ГОСТ 18262.12—88

СКСТУ 0720

Срок действия с 01 01 90
до 01 01 2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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

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

1 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18262.0

2 АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр (абсорбциометр)

Тигли платиновые по ГОСТ 6563

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198

Натрий углекислый по ГОСТ 83

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

gost.e-ecolog.ru

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

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 3

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

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

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

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

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

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

Стандартные растворы фосфора

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

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

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

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

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

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

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

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

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

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

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

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю фосфора (X_P) в процентах вычисляют по формуле

$$X_P = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса фосфора в объеме раствора, используемого для измерения, найденная по градуировочному графику, г;

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

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

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.12 88 № 4191**

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

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 18262.13—72**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 83—79	2	ГОСТ 4199—76	2
ГОСТ 195—77	2	ГОСТ 5841—74	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 6563—75	2
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 18262 0—88	1
ГОСТ 3765—78	2	ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 4198—75	2		

gost.e-ecolog.ru