УДК 622 346.1:546 185 06 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Методы определения фосфора

Chromium ores and concentrates
Methods for determination of phosphorus

ГОСТ 15848.14—90
(ИСО 6127—81)

ОКСТУ 0741

Срок действия с 01 01 92
до 01 01 2002

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает фотометрические методы определения фосфора (от 0,002 до 0,1 %) Метод определения фосфора по международному стандарту ИСО 6127—81 указан в приложении

1 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 15848 0

2 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ВОССТАНОВЛЕНИЕМ ИОНАМИ ДВУХВАЛЕНТНОГО ЖЕЛЕЗА В ПРИСУТСТВИИ ГИДРОКСИЛАМИНА (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ФОСФОРА ОТ 0,01 ДО 0,1 %)

2 1 Метод основан на образовании фосфорно молибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее ионами двухвалентного железа в присутствии гидрохлорида гидроксиламина до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет

2 2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 1100 °С

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Тигли платиновые по ГОСТ 6563

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125 и разбавленная 1 9

Кислота хлорная, плотностью 1,5 г/см^3

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 (кислота хлороводородная) и разбавленная 1 1, 1 100

Изgost.e-ecolog.ru

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 (кислота фтороводородная).

Натрий углекислый по ГОСТ 83 (карбонат натрия).

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 (тетраборат натрия), обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий постепенно нагревают до 400 °С и прокаливают при указанной температуре в течение 2 ч

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217 (нитрат калия).

Смесь для сплавления: смешивают 100 г безводного углекислого натрия, 50 г тетраборнокислого натрия, 1 г азотнокислого калия и тщательно растирают в ступке.

Железо карбонильное, ос. ч.

Раствор железа с массовой концентрацией 25 г/дм^3 25 г карбонильного железа растворяют при нагревании в 100 см^3 соляной кислоты (1:1). После растворения навески приливают 3—5 см^3 пероксида водорода, избыток которого разрушают кипячением. Раствор охлаждают, доливают водой до 1 дм^3 и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1, 1:100.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456 (хлорид гидроксиламина), раствор с массовой концентрацией 30 г/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765 (24-оксогептамолибдат)
(VI) — аммония), перекристаллизованный.

Реактив перекристаллизовывают следующим образом 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см^3 воды при 70—80 °С, приливают аммиак до явного запаха и горячий раствор фильтруют через плотный фильтр в стакан, содержащий 300 см^3 этилового спирта. Раствор охлаждают до комнатной температуры и осадку дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см^3 и высушивают на воздухе.

Раствор молибденовокислого аммония с массовой концентрацией 50 г/дм^3. Раствор следует хранить в кварцевом или полиэтиленовом сосуде.

Аммоний бромистый по ГОСТ 19275 (бромид аммония), раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198 (дигидроортофосфат калия).

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного при 105—110 °С до постоянной массы, растворяют в 100—150 см^3 воды, переливают в мерную колбу

вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

Раствор Б: 50 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают 1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г фосфора.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

2.3. **Проведение анализа**

2.3.1. Масса навески руды или хромового концентрата в зависимости от массовой доли фосфора и количество хлорной кислоты, необходимое для разложения материала, указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	Масса навески пробы, г	Объем хлорной кислоты, см³
До 0,015	1	70
Св. 0,015 до 0,05	0,5	50
» 0,05 » 0,10	0,2	50

Навеску хромовой руды или концентрата помещают в стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой, приливают 5 см³ азотной кислоты и хлорную кислоту согласно табл. 1, накрывают часовым стеклом, нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и еще 10—15 мин. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки и стекло водой и вновь нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и еще 10—15 мин. Эту операцию повторяют до возможно более полного разложения навески пробы.

Основную массу хрома отгоняют в виде хлористого хромила. Для этого отодвигают часовое стекло и осторожно, по каплям, приливают по стенкам стакана соляную кислоту до прекращения выделения бурых паров хлористого хромила; хром при этом восстанавливается до трехвалентного. Стакан накрывают часовым стеклом и продолжают нагревание раствора до полного окисления хрома. Операцию отгонки хлористого хромила продолжают до удаления основной массы хрома. Раствор охлаждают, приливают 100 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, и промывают 8—10 раз горячей соляной кислотой (1:100), затем 2—3 раза горячей водой. Фильтрат и промывную жидкость собирают в стакан вместимостью 400 см³ и сохраняют (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 800—900 °С. Охлажденный осадок смачивают водой, приливают 4—5 капель азотной кислоты и 2—3 см³ фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля выпаривают досуха и прокаливают при 800—900 °С. Тигель охлаждают и остаток сплав-

ляют с 2 г смеси для сплавления при 1000—1100 °С. Плав выщелачивают при нагревании в 20 см³ азотной кислоты (1:9). Раствор присоединяют к основному раствору, приливают 1 см³ раствора железа, раствор аммиака до появления запаха и нагревают до кипения. Осадку дают отстояться в течение 2—3 мин и отфильтровывают на фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают по 5—6 раз горячим раствором аммиака (1:100).

Осадок смывают горячей водой с фильтра в стакан, в котором проводилось осаждение, фильтр промывают 20—30 см³ соляной кислоты (1:1) и 8—10 раз горячей соляной кислотой (1:100). Раствор выпаривают досуха.

Для отгонки мышьяка приливают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют при нагревании в 25 см³ соляной кислоты (1:1), приливают 10 см³ раствора бромистого аммония и раствор выпаривают досуха. Приливают 15 см³ соляной кислоты и раствор снова выпаривают досуха, приливают 10—12 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей.

Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

2.3.2. В две мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают аликвотные части полученного раствора — 20 см³, приливают по 4 см³ раствора железа, раствор аммиака (1:1) до начала выпадения осадка, который растворяют в соляной кислоте (1:1), приливая ее по каплям, и приливают по 10 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида. Растворы нагревают до кипения, при этом они должны обесцветиться. Если раствор сохраняет желтоватую окраску, приливают 1—2 капли раствора аммиака (1:1) (при появлении мути ее растворяют в 1—2 каплях соляной кислоты (1:1). Растворы охлаждают до комнатной температуры и приливают 11 см³ соляной кислоты (1:1). В одну из мерных колб приливают по каплям при непрерывном перемешивании 8 см³ раствора молибденовокислого аммония.

Растворы перемешивают в течение 1—2 мин, доливают водой до метки и снова перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 825 нм или на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью пропускания 620—640 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор, в который не добавлен раствор молибденовокислого аммония.

По найденному значению оптической плотности раствора с учетом величины контрольного опыта по градуировочному графику находят массу фосфора в граммах.

2.3.3. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ наливают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и

5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0, 0,000005, 0,00001, 0,00002, 0,00003, 0,00004 и 0,00005 г фосфора

В колбы приливают по 4 см³ раствора железа, 20 см³ воды, раствор аммиака (1 1) до начала выпадения осадка и далее поступают, как указано в п 2 3 2 При фотометрировании растворов в качестве раствора сравнения применяют воду

По найденным значениям оптической плотности растворов с учетом величины контрольного опыта и соответствующим им массам фосфора в граммах строят градуировочный график

2 4 **Обработка результатов**

2 4.1 Массовую долю фосфора ($X_р$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_р = \frac{m_1 \, 100}{m},$$

где m_1 — масса фосфора с учетом поправки на значение контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г,

m — масса навески высушенной хромовой руды или концентрата, соответствующая аликвотной части фотометрируемого раствора, г.

2 4 2 Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать значений, указанных в табл 2

Таблица 2

Массовая доля фосфора, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,002 до 0,004	0 001
Св 0,004 » 0,01	0,002
» 0,01 » 0,02	0,003
» 0,02 » 0,04	0,004
» 0 04 » 0,06	0,005
» 0,06 » 0,10	0,006

3 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ВОССТАНОВЛЕНИЕМ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТОЙ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ФОСФОРА ОТ 0,002 ДО 0,1 %)

3 1 Метод основан на образовании фосфорномолибденовой гетерополикислоты желтого цвета с последующим восстановлением ее аскорбиновой кислотой в присутствии антимонилтартрата калия до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет

3 2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 1100 °С

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Тигли платиновые по ГОСТ 6563

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота хлорная, плотностью 1,5 г/см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 (кислота хлороводородная) и разбавленная 1:1, 1:100.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 (кислота фтороводородная).

Натрий углекислый по ГОСТ 83 (карбонат натрия).

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 (тетраборат натрия), обезвоженный, как указано в п. 2.2.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217 (нитрат калия).

Смесь для плавления: смешивают 100 г безводного углекислого натрия, 50 г тетраборнокислого натрия, 1 г азотнокислого калия и тщательно растирают в ступке.

Железо карбонильное, ос. ч.

Раствор железа с массовой концентрацией 25 г/дм^3. Готовят по п. 2.2.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1, 1:100.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3, свежеприготовленный.

Калий сурьмяновиннокислый (антимонилтартрат калия), раствор с массовой концентрацией 3 г/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765 (24-оксогептамолибдат) (VI) аммония), перекристаллизованный. Перекристаллизация реактива по п. 2.2.

Раствор молибденовокислого аммония с массовой концентрацией 7 г/дм^3: 1,75 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см^3 воды, приливают 21 см^3 серной кислоты, охлаждают и доливают водой до 250 см^3. Раствор следует хранить в кварцевом или полиэтиленовом сосуде.

Аммоний бромистый по ГОСТ 19275 (бромид аммония), раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198 (дигидроортофосфат калия). Стандартные растворы фосфора А и Б, содержащие соответственно 0,0001 и 0,00001 г фосфора в 1 см^3 раствора, готовят, как указано в п. 2.2.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой, указанной в табл. 1, проводят через весь ход анализа по п. 2.3.1. Аликвотную часть раствора 20 см^3 помещают в колбу вместимостью 100—150 см^3, приливают 1 см^3 хлорной кислоты и нагревают до выделения густых белых паров. Раствор охлаждают, приливают 50 см^3 воды, нагревают до растворения солей, охлаждают, приливают 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и 1 см^3

раствора антимонилтартрата калия. Раствор перемешивают после приливания каждого реактива. Через 10—15 мин раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют относительно воды на спектрофотометре при длине волны 880 нм или на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью пропускания 640—750 нм.

По найденному значению оптической плотности раствора с учетом контрольного опыта по градуировочному графику находят массу фосфора в граммах.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в колбы вместимостью по 100—150 см³ приливают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003; 0,00004 и 0,00005 г фосфора.

В колбы приливают по 1 см³ хлорной кислоты и выпаривают до густых белых паров. Растворы охлаждают и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

По найденным значениям оптической плотности растворов с учетом контрольного опыта и соответствующим им массам фосфора в граммах строят градуировочный график.

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю фосфора (λ_p) в процентах вычисляют по формуле, приведенной в п. 2.4.1.

3.4.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ХРОМОВЫЕ РУДЫ

Фотометрический метод определения фосфора по восстановленному фосфорномолибденовому комплексу (ИСО 6127—81)

1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт распространяется на фотометрический метод определения содержания фосфора в хромовых рудах по восстановленному комплексу

Метод применим для продуктов с содержанием фосфора от 0,002 до 0,1 % (*m/m*)

Настоящий международный стандарт должен рассматриваться совместно с ГОСТ 15848.0 (ИСО 6629)

2. Ссылка

ГОСТ 15848.0 (ИСО 6629) Хромовые руды и концентраты Методы химического анализа Общие указания

3. Сущность метода

Разложение навески:

а) обработкой азотной и хлорной кислотами или

б) путем сплавления с пероксидом натрия с последующим выщелачиванием плава водой.

Удаление хрома отгонкой в форме хлористого хромила Отфильтровывание осадка Удаление кремневой кислоты отгонкой с азотной и фтористоводородной кислотами Сплавление осадка с углекислым натрием или со смесью углекислого натрия, тетраборнокислого натрия и азотнокислого натрия, выщелачивание плава азотной кислотой и присоединение к основному раствору.

Отделение фосфора от хрома соосаждением с гидрооксидом железа (III) в аммиачном растворе

Удаление мышьяка путем отгонки в форме треххлористого мышьяка

Образование желтого комплексного фосфорномолибденового соединения с последующим восстановлением его до комплексного соединения молибденовой сини ионами двухвалентного железа в присутствии хлористоводородной кислоты и солянокислого гидроксиламина путем добавления растворов азотнокислого железа (III), аммиака, солянокислого гидроксиламина, хлористоводородной кислоты и молибденовокислого аммония к аликвотной части анализируемого раствора

Фотометрическое измерение образующегося комплексного соединения с помощью спектрофотометра или электрокалориметра

4. Реактивы

4.1 Кислота азотная, ρ 1,40 г/см^3

4.2 Кислота азотная, разбавленная 1 9

4.3 Кислота хлорная, ρ 1,50 г/см^3

Предупреждение Существует опасность отравления при вдыхании паров внутрь и на кожу Рекомендуется проводить работу в вытяжном шкафу вдали от пламени, следует избегать вдыхание паров кислоты и попадания их на кожу, в глаза и на одежду

4.4 Натрия пероксид, не содержащий фосфор

4.5 Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³

4.6 Кислота соляная ρ 1:1

4.7 Кислота соляная разбавленная 1:100

4.8 Кислота фтористоводородная, 40 % (*m/m*) раствор

4.9 Натрий углекислый, безводный

4.10 Смесь для сплавления

Смешивают 100 г безводного углекислого натрия (п. 4.9), 50 г тетраборнокислого натрия и 1 г азотнокислого натрия и тщательно растирают в агатовой или кварцитовой ступке.

4.11 Железо (III) азотнокислое, раствор концентрацией примерно 180 г/дм³

Растворяют при нагревании 180 г девятиводного азотнокислого железа (III) ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9\ H_2O$) в 300—400 см³ воды и приливают 5 см³ азотной кислоты (п. 4.1). Фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью на 1000 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

4.12 Аммиак водный раствор, ρ 0,91 г/см³

4.13 Аммиак водный, разбавленный раствор 1:1,

4.14 Аммиак водный, разбавленный раствор 1:100,

4.15 Гидроксиламин солянокислый, 30 % (*m/m*) раствор

4.16 Аммоний молибденовокислый [$(NH_4)_2MoO_4$] 5 % (*m/m*) раствор.

Раствор готовят из перекристаллизованного молибденовокислого аммония и хранят в кварцевой или полиэтиленовой бутыли. Для перекристаллизации 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 70—80 °С. Раствор отфильтровывают через плотный фильтр и охлаждают до комнатной температуры. Приливают при перемешивании 300 см³ ректификованного этилового спирта и дают осесть осадку в течение 1 ч. Отфильтровывают осадок под разряжением через фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера, промывают два или три раза этиловым спиртом на воздухе.

Примечание. Если реактив не содержит соединений, восстанавливающихся до молибденовой сини, то перекристаллизация необязательна.

4.17 Аммоний бромистый, 10 % (*m/m*) раствор

4.18 Фосфор, стандартный раствор, содержащий 0,01 г фосфора в 1 дм³

Готовят из стандартного раствора фосфора, содержащего 0,1 мг фосфора в 1 см³.

Для его приготовления 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия (KH_2PO_4), высушенного до постоянной массы при температуре от 105 до 110 °С, растворяют в 100—150 см³ воды, переливают количественно в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

50 см³ этого раствора переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ этого стандартного раствора содержит 0,01 см³ фосфора.

5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и

5.1. Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

6 Проведение анализа

6.1 Навеска пробы

Масса навески пробы в зависимости от ожидаемого содержания фосфора указана в табл. 3.

Таблица 3

Содержание фосфора %	Масса навески, г	Объем азотной кислоты, см³	Объем хлорной кислоты, см³
До 0,015	1,0	5	70
Св. 0,015 до 0,05	0,50	5	50
» 0,05 » 0,10	0,20	5	30

6.2 Определение фосфора

6.2.1 *Разложение навески пробы*

6.2.1.1 Кислотное разложение

Навеску пробы (п. 6.1) помещают в стакан вместимостью 250 см³, увлажняют водой, добавляют азотную (п. 4.1) и хлорную (п. 4.3) кислоты в количествах, указанных в табл. 1. Накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до появления слабых паров хлорной кислоты, после чего нагревают еще в течение 10—15 мин.

Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана водой, выпаривают раствор до появления слабых паров хлорной кислоты и продолжают нагревание еще в течение 10—15 мин. Повторяют эту операцию до полного растворения навески.

Удаляют основную массу хрома в форме хлористого хромила.

Для этого удаляют часовое стекло и осторожно по каплям по стенкам стакана приливают хлористоводородную кислоту (п. 4.5) до прекращения выделения бурых паров хлористого хромила, при этом хром восстанавливается до трехвалентного состояния. Накрывают стакан часовым стеклом и продолжают нагревание раствора до полного окисления хрома.

Отгонку хлористого хромила повторяют до удаления основной массы хрома.

Раствор охлаждают, добавляют 50 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Фильтруют раствор через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество беззольной бумажной массы и промывают осадок 12—15 раз горячей соляной кислотой (п. 4.7) и 2—3 раза горячей водой. Собирают фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 400 см³ и сохраняют в качестве основного раствора.

Фильтр с осадком сохраняют и продолжают анализ в соответствии с п. 6.2.2.

6.2.1.2 Разложение путем щелочного сплавления

Навеску пробы (п. 6.1) помещают в алундовый, никелевый или стеклоуглеродный тигель, добавляют 6—8 г пероксида натрия (п. 4.4), тщательно перемешивают стеклянной палочкой, сверху насыпают еще пероксида натрия и сплавляют при 800—850 °С.

Тигель охлаждают, помещают его в стакан вместимостью 100—500 см³, добавляют 80—100 см³ воды и накрывают часовым стеклом. После прекращения бурной реакции раствор кипятят в течение 3 мин и охлаждают. Добавляют хлорную кислоту (п. 4.3) до растворения осадка гидроксидов и затем 5 см³ в избыток. Удаляют тигель из стакана и обмывают его горячей водой. Раствор выпаривают до появления паров хлорной кислоты.

Удаляют основную массу хрома в виде хлористого хромила, как отмечено в п. 6.2.1.1.

Раствор охлаждают, добавляют 50 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Отфильтровывают раствор через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество беззольной бумажной массы и промывают осадок 12—15 раз горячей хлористоводородной кислотой (п. 4.7) и 2—3 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан вместимостью 400 см³ и сохраняют как основной раствор.

Фильтр с остатком сохраняют и затем обрабатывают в соответствии с п 6 2 2

6 2 2 *Обработка нерастворимого остатка*

Фильтр с остатком, полученным по п 6 2 1, помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют при низкой температуре и прокаливают при 800—900 °С Увлажняют остаток водой, добавляют 4—5 капель азотной кислоты (п. 4 1), 2—3 см³ фтористоводородной кислоты (п 4 8), выпаривают досуха и прокаливают при 800—900 °С Охлаждают тигель и сплавляют остаток с 1—2 г углекислого натрия (п 4 9) при 1000—1100 °С

Примечание В случае труднорастворимых руд остаток сплавляют с 2 г смеси для сплавления (п 4 10) при 1000—1100 °С

Плав выщелачивают при нагревании в 20—30 см³ азотной кислоты (п 4 2) и присоединяют к основному раствору

К полученному раствору добавляют 1 см³ раствора азотнокислого железа (III), затем добавляют раствор аммиака (п 4 12) до появления запаха аммиака и нагревают содержимое стакана до кипения Дают осадку отстояться в течение 2—3 мин и фильтруют через фильтр средней плотности Промывают стакан и осадок на фильтре 5—6 раз горячим раствором аммиака (п 4 14)

Смывают осадок с фильтра горячей водой в стакан, в котором производили осаждение, промывают фильтр 20—30 см³ горячей соляной кислотой (п 4 6) и 8—10 раз горячей соляной кислотой (п 4 7), собирая промывные воды в том же стакане Раствор выпаривают досуха

Для удаления мышьяка добавляют 10 см³ соляной кислоты (п 4 5) и снова выпаривают раствор досуха Сухой остаток растворяют при нагревании в 25 см³ соляной кислоты (п 4 6), добавляют 10 см³ раствора бромистого аммония (п 4 17) и выпаривают раствор досуха Добавляют 15 см³ соляной кислоты и снова выпаривают раствор досуха Добавляют 10—12 см³ соляной кислоты (п 4 5) и нагревают до растворения солей

Переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают

6 2 3 *Подготовка раствора для фотометрических измерений*

В две мерные колбы вместимостью по 100 см³ вводят аликвотные части полученного раствора по 20 см³, добавляют в каждую колбу по 4 см³ раствора азотнокислого железа (III) (п 4 11) и раствора аммиака (п 4 13) до начала выпадения осадка гидроксида железа (III) Приливают по каплям соляную кислоту (п 4 6) до растворения осадка

Добавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и нагревают растворы до кипения и кипятят до обесцвечивания Если раствор сохраняет желтоватый оттенок, добавляют 1—2 капли раствора аммиака (п 4 13), при появлении мути ее растворяют, добавив 1 или 2 капли соляной кислоты (п 4.6)

Охлаждают раствор до 25 °С и добавляют 11 см³ соляной кислоты (п 4 6)

В одну из мерных колб добавляют по каплям при постоянном перемешивании 8 см³ раствора молибденовокислого аммония (п 4 16)

Раствор перемешивают в течение 1—2 мин, доливают до метки водой и перемешивают (величина pH этих растворов должна составлять от 0,1 до 0 4)

6 2 4 *Фотометрическое измерение*

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора на спектрофотометре (п 5 1) при длине волны 825 мм или на фотоэлектрокалориметре с красным светофильтром при длине волны 620—640 нм в кювете с толщиной оптического слоя 50 мм, используя в качестве раствора сравнения раствор, не содержащий молибденовокислого аммония

6 2 5 *Контрольный опыт*

Через все стадии анализа проводят контрольный опыт

6 2 6 *Построение градуировочного графика*

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят с помощью микробюретки 0,5, 1,0 2,0, 3,0, 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора фосфора (п 4 18),

содержащего соответственно 5, 10, 20 30, 40 и 50 мкг фосфора Седьмая мерная колба вместимостью 100 см³ служит для контрольного опыта

В каждую колбу добавляют 4 см³ раствора азотнокислого железа (III) (п 4 11), 20 см³ воды и раствор аммиака (п 4 13) до образования осадка гидроксидов железа (III) Добавляют по каплям соляную кислоту (п 4 6) до растворения осадка Добавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина (п 4 15), нагревают растворы до кипения и кипятят до обесцвечивания Если раствор сохраняет желтый оттенок, то добавляют к нему 1 или 2 капли раствора аммиака (п 4 13), появившуюся муть растворяют, добавляют 1—2 капли соляной кислоты (п 4 6) Растворы охлаждают и добавляют 11 см³ соляной кислоты (п 4 6) Добавляют по каплям при непрерывном перемешивании 8 см³ раствора молибденовокислого аммония (п 4 16), перемешивают растворы в течение 1—2 мин, доливают водой до метки и снова перемешивают

Проводят фотометрические измерения, как указано в п 6 2 4, используя в качестве раствора сравнения воду

По найденным значениям оптических плотностей (за вычетом оптической плотности раствора, не содержащего фосфора) и соответствующим им содержаниям фосфора строят градуировочный график

7 Обработка результатов

7 1 Расчет

По оптической плотности испытуемого раствора (за вычетом оптической плотности контрольного опыта) по градуировочному графику (п 6 2 6) находят содержание фосфора

Массовую долю фосфора (X_F) в процентах вычисляют по формуле

$$X_F = \frac{m_1\ 100}{m_2}\ K,$$

где m_1 — масса фосфора в аликвотной части анализируемого раствора с поправкой на контрольный опыт, г,

m_2 — масса навески пробы, соответствующая аликвоте анализируемого раствора,

K — коэффициент пересчета содержания фосфора на его содержание в сухом материале

7.2 Допускаемые расхождения параллельных определений не должны превышать указанных в табл 4

Таблица 4

Массовая доля фосфора, %	Допускаемое расхождение, %
Св 0,002 до 0,004	0,001
» 0,004 » 0,01	0,002
» 0,01 » 0,02	0,003
» 0,02 » 0,04	0,004
» 0,04 » 0,06	0,005
» 0,008 » 0,10	0,006

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН** Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н И. Стенина (руководитель темы), **Н. В. Пенкина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3675
Приложение «Хромовые руды. Фотометрический метод определения фосфора по восстановленному фосфорномолибденовому комплексу» настоящего стандарта подготовлено на основе международного стандарта ИСО 6127—81

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 15848.14—85**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, приложения
ГОСТ 83—79	2 2, 3 2
ГОСТ 3118—77	2 2, 3 2
ГОСТ 3760—79	2 2, 3 2
ГОСТ 3765—78	2 2, 3 2
ГОСТ 4217—77	2 2 3 2
ГОСТ 4198—75	2 2 3 2
ГОСТ 4199—76	2 2, 3 2
ГОСТ 4461—77	2 2 3 2
ГОСТ 5456—79	2 2
ГОСТ 6563—75	2 2, 3 2
ГОСТ 10484—78	2 2, 3 2
ГОСТ 10929—76	2 2 3 2
ГОСТ 11125—84	2 2, 3 2
ГОСТ 14261—77	2 2, 3 2
ГОСТ 15848 0—90	1, приложение
ГОСТ 18300—87	2 2, 3 2
ГОСТ 19275—75	2 2, 3 2
ИСО 6629—81	Приложение

gost.e-ecolog.ru