УДК 622.349.21 : 546.185—31.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БОКСИТ

Фотометрический метод определения оксида фосфора (V)

Bauxite. Photometric method for the determination of phosphorus oxide (V)

ГОСТ 14657.6—83

(СТ СЭВ 3906—82)

ОКСТУ 1711

Срок действия с 01.07.84
до 01.01.94

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения оксида фосфора (V) в бокситах при массовой доле от 0,05 до 0,5%. Метод основан на разложении боксита смесью кислот или спекания с углекислым натрием, удалении диоксида кремния фильтрацией, получении молибденовой сини и измерении оптической плотности раствора при длине волны 720 нм. Желатин, если он присутствует в растворе, предварительно окисляют перекисью водорода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 14657.0—78.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-26, СФ-16 или аналогичные.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 4-го классов точности.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 1100°С.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:1.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и растворы 3:1, 1:1 1:4 и молярной концентрации эквивалента 4 моль/дм³.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор 1:1.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, водный раствор с массовой долей 6,25% и раствор с массовой долей 0,7% в растворе серной кислоты молярной концентрации эквивалента 4 моль/дм³.

Калий виннокислый кислый.

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 см³ 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 см³ серной кислоты осторожно вливают в 300 см³ воды. После охлаждения к раствору добавляют 100 см³ раствора сульфаминовой кислоты, 200 см³ раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 6,25% и 100 см³ раствора сурьмяновиннокислого калия. Раствор охлаждают, доливают водой до 1000 см³ и перемешивают. Раствор хранят в темной посуде.

Кислота аскорбиновая пищевая, раствор с массовой долей 10%. Раствор готовят перед применением.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Квасцы железоаммонийные, раствор готовят следующим образом: 5 г квасцов растворяют в воде, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1 и воды до объема 100 см³.

Стандартные растворы оксида фосфора (V):

раствор А. 0,1917 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного в эксикаторе, растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 1 см³ серной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг оксида фосфора (V).

Раствор Б. 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б готовят перед применением. 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг оксида фосфора (V).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При анализе «мягких» бокситов (содержащих гиббсит и бемит) пробу массой 1 г растворяют в стакане вместимостью 400 см³ в смеси 10 см³ соляной, 10 см³ азотной кислот и 15 см³ раствора серной кислоты 3:1. Раствор выпаривают досуха. После охлаждения к остатку добавляют 200 см³ воды и 20 см³ раствора серной кислоты 3:1, затем нагревают его до полного растворения солей.

3.2. 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 в течение 20 мин. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют примерно 100 см³ воды, 30—35 см³ 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 см³ раствора серной кислоты 1:1 и выпаривают до появления паров серной кислоты и еще в течение 20 мин. После охлаждения к остатку прибавляют 200 см³ воды, 20 см³ раствора серной кислоты 3:1 и нагревают до полного растворения солей.

3.3. После того как раствор, полученный согласно п. 3.1 или 3.2, станет прозрачным, его фильтруют через фильтр «белая лента», собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 500 см³. Осадок промывают горячей водой до прекращения реакции на сульфат-ионы. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, затем остаток прокаливают при температуре 900°С в течение 10 мин. К остатку после охлаждения добавляют 3—4 капли раствора серной кислоты 1:1, 5 см³ 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 содержании оксида фосфора (V) до 0,2% или 10 см³ — при содержании 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, встряхивают, добавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 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.

3.4. Применяют также раствор, полученный после определения диоксида кремния гравиметрическим методом по ГОСТ 14657.2—78. Из этого раствора отбирают аликвотную часть 5—20 см³ в зависимости от содержания фосфора, помещают в коническую колбу вместимостью 150 см³, добавляют 1 см³ раствора перекиси 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, 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 растворов 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—78, помещают в коническую колбу вместимостью 150 см³, приливают 1 см³ железоаммонийных квасцов, 1 см³ перекиси водорода и далее ведут анализ, как указано выше.

3.5. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг оксида фосфора (V). В седьмую колбу стандартный раствор не добавляют. Далее поступают, как указано в п. 3.3 или 3.4, используя в качестве раствора сравнения раствор, не содержащий стандартного раствора. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям оксида фосфора (V) строят градуировочный график.

3.2—3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида фосфора (V) (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m — масса пробы аликвотной части фильтрата, г.

4.2. Расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля оксида фосфора (V) в боксите, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,05 до 0,10 включ.	0,02	0,03
» 0,10 » 0,30 »	0,04	0,06
» 0,30 » 0,50 »	0,06	0,09

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В. В. Барановский, И. М. Козловская, Р. Н. Насырова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1983 г. № 4937**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3906—82**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14657.6—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4198—75	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 7172—76	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 14657.0—78	1.1
ГОСТ 14657.2—78	3.4
ГОСТ 24104—80	2

6. **Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 11.08.88 № 2902**

7. **Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 12—88)**

gost.e-ecolog.ru