

**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

ОКСТУ 6720

Срок действия с 01.01.90  
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномagnetитовые 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 хлорновислом растворе с восстановлением ее сернистым гидразином до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Титан и кремний не мешают определению фосфора; влияние мышьяка устраняется предварительным восстановлением его сернистым 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

натрий постепенно нагревают до 400 °С и прокачивают 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/см<sup>3</sup> и раствор с молярной концентрацией 3 моль/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, раствор массовой концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор массовой концентрации 2 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор массовой концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>.

Если реактив имеет квалификацию «ч. д. а.» или «ч.», его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды при температуре 80 °С, приливают аммиак до явного запаха и горячий раствор фильтруют через плотный фильтр в стакан, содержащий 300 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> и высушивают на воздухе.

Раствор готовят следующим образом: 20 г молибденовокислого аммония растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды. После растворения осторожно приливают 325 см<sup>3</sup> хлорной кислоты плотностью 1,67 г/см<sup>3</sup> или 342 см<sup>3</sup> хлорной кислоты плотностью 1,51 г/см<sup>3</sup>, раствор охлаждают, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Стандартные растворы фосфора

Раствор А, приготовленный следующим образом: 0,4393 г одновалентного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного при 110 °С до постоянной массы, растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора А соответствует 0,0001 г фосфора.

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

фосфора А, перемешивают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, снова перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 70 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

3.2. Аликвоту полученного раствора 20 см<sup>3</sup> при массовой доле фосфора до 0,1% или аликвоту 10 см<sup>3</sup> при массовой доле более 0,1% помещают в стакан вместимостью 200—250 см<sup>3</sup>. Приливают 10 см<sup>3</sup> раствора контрольного опыта, если используется аликвота 10 см<sup>3</sup>, 15 см<sup>3</sup> раствора сернистохлористого натрия, перемешивают, выдерживают при комнатной температуре 2 мин и помещают на 10 мин на кипящую водяную баню. Затем при перемешивании приливают 25 см<sup>3</sup> раствора хлорной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм<sup>3</sup>, 20 см<sup>3</sup> воды и 10 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония, 2 см<sup>3</sup> раствора сернистохлористого 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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> и осторожно при перемешивании приливают 140 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Аликвоту раствора 20 см<sup>3</sup> помещают в стакан вместимостью 200—250 см<sup>3</sup>, прибавляют 15 см<sup>3</sup> раствора сернистохлористого 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 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, затем приливают по 15 см<sup>3</sup> раствора сернистоокислого 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		