

**БОКСИТ****ГОСТ****Фотометрический метод определения  
оксида фосфора (V)****14657.6—83**Bauxite. Photometric method for the  
determination of phosphorus oxide (V)**{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.

Электродпечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 1100°C.

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

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

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484—78.

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

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Калий пиросерноокислый 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/дм<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> воды, добавляют небольшими порциями 14,6 г окиси сурьмы. При получении непрозрачного раствора его отфильтровывают. Раствор охлаждают до температуры 0—5°C и выдерживают при этой температуре в течение 2—3 ч. Затем полученные кристаллы фильтруют через плотный стеклянный фильтр и высушивают при температуре 100°C.

Кислота сульфаминовая, раствор с массовой долей 10%.

Смесь реакционная: 144 см<sup>3</sup> серной кислоты осторожно вливают в 300 см<sup>3</sup> воды. После охлаждения к раствору добавляют 100 см<sup>3</sup> раствора сульфаминовой кислоты, 200 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 6,25% и 100 см<sup>3</sup> раствора сурьмяновиннокислого калия. Раствор охлаждают, доливают водой до 1000 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1 и воды до объема 100 см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> серной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг оксида фосфора (V).

Раствор Б. 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б готовят перед применением. 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> в смеси 10 см<sup>3</sup> соляной, 10 см<sup>3</sup> азотной кислот и 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 3:1. Раствор выпаривают досуха. После охлаждения к остатку добавляют 200 см<sup>3</sup> воды и 20 см<sup>3</sup> 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°C в течение 20 мин. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, добавляют примерно 100 см<sup>3</sup> воды, 30—35 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1:1 и выпаривают до появления паров серной кислоты и еще в течение 20 мин. После охлаждения к остатку прибавляют 200 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>. 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°C в течение 10 мин. К остатку после охлаждения добавляют 3—4 капли раствора серной кислоты 1:1, 5 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты, осторожно выпаривают досуха и снова прокаливают. После охлаждения остаток сплавляют с 1 г пироксидного 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 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть раствора объемом 20 см<sup>3</sup> при содержании оксида фосфора (V) до 0,2% или 10 см<sup>3</sup> — при содержании оксида фосфора (V) свыше 0,2%. Аликвотную часть объемом 10 см<sup>3</sup> разбавляют водой

до 20 см<sup>3</sup>. К раствору добавляют раствор аммиака до начала выпадения осадка (рН 5—6), быстро разбавляют водой до объема примерно 80 см<sup>3</sup>. Из бюретки добавляют 4 см<sup>3</sup> реакционной смеси, встряхивают, добавляют 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> в зависимости от содержания фосфора, помещают в коническую колбу вместимостью 150 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора перекиси водорода, разбавляют водой до объема 35—40 см<sup>3</sup>, накрывают часовым стеклом и кипятят 20—30 мин. Полученный раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, нейтрализуют аммиаком по бумаге конго до перехода окраски в красный цвет, приливают при перемешивании 10 см<sup>3</sup> молибдата аммония с массовой долей 0,7%, 5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, воду до объема 80—90 см<sup>3</sup>, 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> железоаммонийных квасцов, 1 см<sup>3</sup> перекиси водорода и далее ведут анализ, как указано выше.

3.5. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> каждая отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> 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]**