

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**

**РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,  
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ  
ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ**

**Метод определения фосфора**

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

**ГОСТ 18262.12-88****СКСТУ 6720**

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 хлорникислом растворе с восстановлением ее сернистокислым 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 °C.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр (абсорбциометр).

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Калий фосфорникислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборникислый 10-водный по ГОСТ 1199, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборникислый

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/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 л и перемешивают.

Стандартные растворы фосфора

Раствор А, приготовленный следующим образом: 0,4393 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высущенного 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 °C 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 сернистокислого 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 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 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 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 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 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 высущенной 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, %
0; 0,0025 до 0,005 вкл. ч.	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		