

ГОСТ 22772.6—96
(ИСО 4293—82)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

Издание официальное



БЗ 1—98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
М и н с к

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН МТК 147, Институтом стандартных образцов (ИСО ЦНИИчермет)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9—96 от 12.04.96)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Приложение А настоящего стандарта представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 4293—82 «Руды и концентраты марганцевые. Определение содержания фосфора. Фотометрический метод с предварительным экстрагированием молибденованадата»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 9 декабря 1997 г. № 402 межгосударственный стандарт ГОСТ 22772.6—96 (ИСО 4293—82) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 22772.6—77

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

Методы определения фосфора

Manganese ores, concentrates and agglomerates.
Methods for determination of phosphorus

Дата введения 1999—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает фотометрические методы определения фосфора при массовой доле от 0,005 до 0,5 %, а также по международному стандарту ИСО 4293 в соответствии с приложением А.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 195—77 Натрий сернистоокислый. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4147—74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
- ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
- ГОСТ 5841—74 Гидразин серноокислый
- ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
- ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
- ГОСТ 16598—80 Руды марганцевые, концентраты и агломераты. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
- ГОСТ 19275—73 Аммоний бромистый. Технические условия
- ГОСТ 22772.0—96 Руды марганцевые, концентраты и агломераты. Общие требования к методам химического анализа
- ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22772.0.

4 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА С ВОССТАНОВЛЕНИЕМ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ПРИСУТСТВИИ АНТИМОНИЛТАРТРАТА КАЛИЯ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ФОСФОРА ОТ 0,005 ДО 0,5 %)

Метод основан на образовании фосфорномолибденовой гетерополиокислоты с последующим восстановлением ее аскорбиновой кислотой в присутствии антимонилтарtrate калия до комплексного соединения, окрашенного в синий цвет. Мышьяк отгоняется предварительно в виде бромида.

4.1 Аппаратура и реактивы

Печь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева до 1050 °С.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Аммоний бромистый по ГОСТ 19275.

Аммиак водный по ГОСТ 24147 или ГОСТ 3760.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:9.

Кислота хлорная плотностью 1,51 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота аскорбиновая, раствор 10 г/дм³ свежеприготовленный.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Калий сурьмяновиннокислый (антимонилтарtrat).

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, раствор 100 г/дм³.

Аммоний молибденовоокислый по ГОСТ 3765.

Если молибденовоокислый аммоний имеет квалификацию «ч.д.а.» или «ч.», его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 250 г молибденовоокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при 80 °С, прибавляют аммиак до явного запаха и горячий раствор фильтруют через плотный фильтр в стакан, содержащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают ему 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 см³ и высушивают на воздухе.

Молибденовый реактив: 1,74 г молибденовоокислого аммония растворяют в 100 см³ воды, приливают 21 см³ серной кислоты, перемешивают и охлаждают. К раствору прибавляют 0,15 г антимоилтарtrата калия, предварительно растворенного в воде, перемешивают, доливают водой до 250 см³ и вновь перемешивают.

Стандартные растворы фосфора.

Раствор А, приготовленный следующим образом: 0,4394 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного при 105—110 °С в течение 1—2 ч, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 100 см³ воды, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г фосфора.

Раствор Б, приготовленный следующим образом: аликвоту стандартного раствора А 10 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,000005 г фосфора.

Раствор Б готовят перед употреблением.

4.2 Проведение анализа

4.2.1 Масса навески пробы и аликвота анализируемого раствора в зависимости от массовой доли фосфора должны соответствовать указанным в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля фосфора, %	Масса навески, г	Аликвота, см ³
От 0,005 до 0,05 включ.	1	10
Св. 0,05 » 0,2 »	0,5	5
» 0,2 » 0,5 »	0,2	5

4.2.2 Навеску пробы помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, смачивают несколькими каплями воды, приливают 10 см³ соляной кислоты, 5 см³ азотной кислоты, 5 см³ хлорной кислоты, закрывают стакан часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании. Затем усиливают нагревание до полного растворения навески пробы. Снимают часовое стекло, обмывают его водой и выпаривают раствор до появления паров хлорной кислоты. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают раствор до появления паров хлорной кислоты. Охлаждают, приливают 30 см³ воды и нагревают до кипения.

Если раствор имеет коричневатый оттенок или происходит выпадение осадка двуокиси марганца, добавляют 2—3 капли раствора сернистокислого натрия и нагревают до полного просветления раствора.

4.2.3 Навеску материала, содержащего органические примеси, перед растворением предвари-