

**Изменение № 1 ГОСТ 23581.19—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения фосфора**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.86 № 3720 срок введения установлен**

**с 01.05.87**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Пункт 2.1.1. Двенадцатый абзац после значения 1,51 дополнить значением: «или 1,67»;

четырнадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 4815—76»;

пятнадцатый абзац изложить в новой редакции: «железо хлорное, раствор, приготовленный следующим образом:

50 г железа треххлористого, 6-водного, по ГОСТ 4147—74 растворяют в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают или

10 г карбонильного железа помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, растворяют в 150 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, окисляют перекисью водорода, избыток которой разрушают кипячением. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают»;

шестнадцатый абзац дополнить словами: «Если молибденовокислый аммоний 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, прибавляют 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 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 см<sup>3</sup> и высушивают на воздухе»;

дополнить абзацами (после семнадцатого): «аммиак водный по ГОСТ 3760—79;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72»;

двадцатый абзац дополнить словами: «Раствор готовят перед употреблением».

Пункт 2.2.1. Второй абзац. Исключить слово: «бурного»;

четвертый абзац. Исключить слова: «и массовая доля двуокиси кремния не превышает 3 %».

Пункты 2.2.3, 2.2.6. Заменить значения: 15—30 мин на 10—15 мин.

Пункт 3.1.1. Четырнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Железо хлорное, раствор приготовленный следующим образом:

50 г железа треххлористого, 6-водного, по ГОСТ 4147—74 растворяют в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают или

10 г карбонильного железа помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, растворяют в 150 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, окисляют перекисью водорода, избыток которой разрушают кипячением. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают»;

семнадцатый абзац. Заменить слова: «раствор 50 г/дм<sup>3</sup>» на «Если молибденовокислый аммоний имеет квалификацию «ч. д. а.» или «ч.» его необходимо перекристаллизовать, как указано в п. 2.1.1. Раствор 50 г/дм<sup>3</sup>»;

дополнить абзацами (после семнадцатого): «аммоний шавелевокислый по ГОСТ 5712—78;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77;

кислоту шавелевую по ГОСТ 22180—76;

натрий углекислый по ГОСТ 83—79;

смесь для спекания: смешивают тонкоизмельченный углекислый натрий, шавелевую кислоту или шавелевокислый аммоний и азотнокислый калий в соотношении 10:4:1. Смесь хранят в закрытой банке.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72»;

*(Продолжение см. с. 54)*

двадцать первый абзац дополнить словами: «Раствор готовят перед употреблением».

Пункт 3.2.2. Второй абзац. Заменить ссылку: «п. 3.2.1» на «пп. 2.2.1 и 2.2.2».

Пункт 3.2.3. Второй абзац. Заменить слова: «и нагревают до кипения» на «и медленно нагревают до кипения, при этом раствор должен стать бесцветным»;

четвертый абзац. Заменить значения: 20—30 мин на 5—10 мин;

пятый абзац после слов «с табл. 3» дополнить словами: «разбавляют водой до объема 20—30 см<sup>3</sup>»;

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2.3а (после п. 3.2.3): «3.2.3а. При разложении спеканием навеску массой 0,5 г смешивают с 0,5 г смеси для спекания в платиновом тигле и спекают при температуре 900 °С в течение 15—20 мин, Тигель со спеком помещают в стакан вместимостью 200—300 см<sup>3</sup> и выщелачивают в 50 см<sup>3</sup> воды при нагревании. Затем тигель извлекают из стакана, обмывают его водой и соляной кислотой, разбавленной 1:50. Прибавляют 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, нагревают и выпаривают раствор досуха. Сухой остаток дважды обрабатывают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Затем растворяют соли в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, прибавляют 50 см<sup>3</sup> горячей воды и фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> через фильтр средней плотности с добавлением фильтробумажной массы. Промывают стакан и остаток на фильтре 7—8 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:50. Раствор доливают водой до метки и перемешивают. Аликвота в зависимости от массовой доли фосфора указана в табл. 3а.

Т а б л и ц а 3 а

Массовая доля фосфора, %	Аликвота, см <sup>3</sup>	Масса фосфора в аликвоте, мг
От 0,01 до 0,05	50	0,01—0,05
Св. 0,05 » 0,5	25	0,025—0,25
» 0,5 » 1	10	0,1—0,2
» 1 » 2	5	0,1—0,2

Аликвоту раствора помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют при необходимости водой до 20—30 см<sup>3</sup>, приливают раствор железоаммонийных квасцов или раствор хлорного железа с таким расчетом, чтобы общее количество железа в растворе составляло 0,1 г и продолжают определение, как указано в п. 3.2.3.

Примечание. Для определения фосфора могут быть использованы растворы, подготовленные по п. 4.2.1 ГОСТ 23581.15—81, по п. 2.2.2 ГОСТ 23581.17—81 или по п. 3.1.2.2 ГОСТ 23581.16—81».

Пункт 3.2.5 после слов «до 0,05 %» дополнить словами и значением: «(до 0,1 % при разложении спеканием)»; после слов «более 0,05 %» дополнить словами: «(более 0,1 % при разложении спеканием)»;

после слов «0,3 мг фосфора» дополнить словами: «разбавляют водой до 20—30 см<sup>3</sup>»;

после слов «железоаммонийных квасцов» дополнить словами: «или раствора хлорного железа».

Пункт 4.1.1. Восьмой абзац после значения 1,67 дополнить словами: «или 1,51»;

тринадцатый абзац дополнить словами: «Если молибденовокислый аммоний имеет квалификацию «ч. д. а.» или «ч.» его необходимо перекристаллизовать, как указано в п. 2.1.1»;

двадцатый абзац дополнить словами: «Раствор готовят перед употреблением».

Пункт 4.2.1. Первый абзац. Заменить значение: 0,25 г на 0,2 г;

(Продолжение см. с. 55)

шестой абзац. Заменить слова: «в тот же стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup>, где находится фильтрат А» на «промывают фильтр с осадком несколько раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан с фильтратом А»;

седьмой абзац дополнить словами: «В присутствии более 8 мг двуокиси титана раствор оставляют на 1 ч».

Пункт 4.2.2. Второй абзац. Заменить слова: «перемешивают в течение 15 мин и измеряют» на «перемешивают и сразу измеряют»

третий абзац. Заменить слова: «раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа» на «метилизобутилкетон».

Пункт 5.1.1 дополнить абзацем (после десятого): «натрий фосфорнокислый однозамещенный, 2-водный, по ГОСТ 245—76»;

двадцатый абзац после слов «кислоты, разбавленной 1:1» дополнить словами: «прибавляют 5 мг однозамещенного фосфорнокислого натрия»;

двадцать первый абзац. Исключить слова: «если необходимо»;

двадцать второй абзац. Заменить слова: «в соляной кислоте» на «в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1».

*(Продолжение см. с. 56)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 23581.19—81)

Пункт 5.2.1 дополнить абзацем (перед первым): «При массовой доле двуокиси титана до 0,34 % (0,2 % титана)».

второй абзац после слов «не допуская» исключить слово: «бурного».

Пункт 5.2.2. Первый абзац. Заменить значение: 1 г на 3 г;

после слов «Полученный осадок» исключить слова: «фосфорнокислого железа»;

заменить слова: «При необходимости» на «При массовой доле фосфора более 2 %».

Пункт 5.2.3. Наименование изложить в новой редакции: «При массовой доле двуокиси титана более 0,34 % (0,2 % титана)»;

исключить слова: «фосфорнокислого железа»;

заменить слова: «промывают несколько раз горячей водой» на «промывают несколько раз аммиаком, разбавленным 1:100».

Пункт 5.2.4. Второй абзац. Заменить значение: 25 см<sup>3</sup> на «25—50 см<sup>3</sup> (соответственно количеству, введенному в пробу)».

Пункт 5.3.1. Формула и экспликация. Заменить обозначение:  $V_1$  на  $V_2$ .

(ИУС № 2 1987 г.)