

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ
РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 25702.0-83—ГОСТ 25702.18-83

Издание официальное

МОСКВА — 1994

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Методы определения пятиоксида фосфора

Raremetallic concentrates
Methods for the determination
of phosphorus pentoxide**ГОСТ****25702.15—83*****Взамен****ГОСТ 22939.4—78**

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3363 срок действия продлен

до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает фотометрические методы определения пятиоксида фосфора (общего) в концентратах: ильменитовом (при массовой доле от 0,05 до 0,5 %) и рутиловом (при массовой доле от 0,05 до 0,3 %), ниобиевом (пирохлоровом) (при массовой доле от 0,05 до 1 %), цирконовом (при массовой доле от 0,05 до 0,3 %), лопаритовом (при массовой доле от 0,05 до 0,5 %) и пятиоксида фосфора, находящегося в виде апатита в концентратах: лопаритовом (при массовой доле от 0,05 до 0,5 %) и черновом ниобиевом (пирохлоровом) (при массовой доле от 2 до 20 %).

При разногласиях в оценке качества в рутиловом, цирконовом и лопаритовом концентратах анализ выполняют фотометрическими методами, используя реакции образования восстановленных гетерополикомплексов

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89).*

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ФОСФОРА (ОБЩЕГО) В ЛОПАРИТОВОМ, НИОБИЕВОМ (ПИРОХЛОРОВОМ), РУТИЛОВОМ, ИЛЬМЕНИТОВОМ И ЦИРКОНОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ ПО РЕАКЦИИ ОБРАЗОВАНИЯ ФОСФОРНО-ВАНАДИЙ-МОЛИБДЕНОВОГО КОМПЛЕКСА

Метод основан на реакции образования в азотнокислой среде фосфорно-ванадиево-молибденового гетерополикомплекса, окрашенного в желтый цвет, и фотометрировании окраски раствора. Мешающие определению элементы отделяют осаждением в виде гидратов после сплавления навески пробы с гидратом окиси натрия.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 120 °С.

Печь электрическая муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 700 °С.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Тигли железные вместимостью 50 см³.

Тигли никелевые вместимостью 50 см³.

Тигли из стеклоуглерода вместимостью 50 см³.

Воронка Бюхнера.

Колба коническая вместимостью 300 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200, 250, 500 и 1000 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки вместимостью 10 и 20 см³ без делений.

Пипетки вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Склянка вместимостью 1000 см³ с притертой пробкой.

Склянка темного стекла вместимостью 500 см³ с притертой пробкой.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100 см³.

Стаканы фторопластовые вместимостью 200 см³.

Эксикатор.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1 и 1:3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный из этилового спирта в следующих условиях: навеску

молибденовокислого аммония массой 250 г растворяют в 400 см³ воды, нагретой до 80 °С, добавляют аммиак до появления запаха и фильтруют горячий раствор через фильтр в стакан, содержащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см³, после чего их высушивают на воздухе.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75.

Жидкость реактивная, ванадиево-молибденовый раствор; готовят следующим образом:

раствор 1. 10 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см³ нагретой до 50—60 °С воды. К охлажденному раствору осторожно при непрерывном помешивании добавляют 2 см³ азотной кислоты и, если раствор мутный, его фильтруют через фильтр «белая лента»;

раствор 2. 0,3 г ванадиевокислого аммония растворяют в 50 см³ нагретой до 50—60 °С воды. После охлаждения к раствору добавляют 50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3.

Раствор 1 медленно вливают при интенсивном помешивании в раствор 2, к смеси приливают 15 см³ азотной кислоты и перемешивают раствор. Раствор хранят в склянке темного стекла. Если при хранении из смешанного раствора выделяется осадок, готовят свежий раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Фенолфталеин по НТД, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³, готовят следующим образом: 0,1 г фенолфталеина растворяют в 70 см³ этилового спирта и добавляют 30 см³ воды.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, перекристаллизованный из горячего водного раствора и высушенный при 110 °С. Хранят в эксикаторе над слоем серной кислоты или в склянке с притертой крышкой.

Растворы пятиокиси фосфора:

раствор А. Навеску однозамещенного фосфорнокислого калия массой 0,4794 г растворяют в 100 см³ воды, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1,0 мг пятиокиси фосфора;

раствор Б. Отбирают пипеткой 5 см³ раствора А, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,05 мг пятиоксида фосфора; раствор В. Отбирают пипеткой 2 см³ раствора А, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,02 мг пятиоксида фосфора.

2.1.1. Материалы, реактивы и растворы при анализе лопаритового и ниобиевого (пироксолового) концентратов

бумага индикаторная универсальная,

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

2.1; 2.1.1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы при анализе ильменитового концентрата:

воронка капельная вместимостью 100 см³;

бумага индикаторная универсальная;

натрий кислый сернистокислый по НТД, насыщенный раствор, свежеприготовленный;

кислота сернистая, насыщенный раствор, свежеприготовленный; готовят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 300 см³ вливают 150 см³ насыщенного раствора кислого сернистокислого натрия и закрывают колбу пробкой, в которую вставлены капельная воронка и трубка для отвода газа. В воронку наливают серную кислоту и медленно, по каплям, приливают ее в колбу. При этом происходит выделение сернистого газа, который по отводной трубке попадает в склянку с дистиллированной водой. При ослаблении выделения газа колбу нагревают.

Приготовление раствора сернистой кислоты производят в вытяжном шкафу при действующей вентиляции.

2.1.3. Аппаратура, реактивы и растворы при анализе цирконового концентрата:

тигли платиновые вместимостью 30 см³;

чашки платиновые вместимостью 75 см³;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с молярной концентрацией 3 моль/дм³;

кремнит двуокись по ГОСТ 9428—73, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³, готовят следующим образом: навеску двуокиси кремния массой 1,0 г сплавляют в платиновом тигле с 15 г углекислого натрия при 900 °С до получения однородного плава. Плав выщелачивают горячей водой, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде;

натрий углекислый по ГОСТ 83—79 и раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³;

натрий тетраборнокислый 10-водный (бура) по ГОСТ 4199—76.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Анализ лопаритового концентрата

2.2.1.1. В никелевый, железный или стеклоуглеродный тигель помещают 4 г гидроксида натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,25—0,5 г и сплавляют в муфельной печи при температуре 600—700 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава. Остывший тигель помещают во фторопластовый стакан, заливают 50 см³ горячего раствора хлористого натрия и выщелачивают плав при умеренном нагревании. Затем тигель вынимают из стакана, ополаскивают 3—4 раза горячей водой и вновь нагревают в течение 10—15 мин. Содержимое стакана охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в стакан вместимостью 100 см³, отбрасывая первые порции фильтрата (раствор может быть использован для определения двуокиси кремния). Аликвотную часть раствора 10—20 см³ (в зависимости от содержания пятиоксида фосфора) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают воды до 35 см³, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют азотной кислотой, разбавленной 1:1, до изменения окраски индикатора и **сверх того добавляют 1 см³ раствора фтористого аммония, 1—2 капли той же кислоты для создания рН 2 (рН проверяют по универсальной индикаторной бумаге), добавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ реактивной жидкости, доводят водой до метки и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.**

Массу пятиоксида фосфора находят по градуировочному графику.

2.2.1.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ вводят из микробюретки 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 3,0 см³ раствора пятиоксида фосфора (раствор Б). Растворы в колбах разбавляют водой до 35 см³, приливают по 1 см³.

раствора фтористого аммония, по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см³ реактивной жидкости, доливают водой до метки и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 2.2.1.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, кроме раствора пятиоксида фосфора (раствор Б).

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиоксида фосфора строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. Анализ ильменитового концентрата

2.2.2.1. В никелевый, железный или стеклоуглеродный тигель помещают 4 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску концентрата массой 0,5 г и сплавляют в муфельной печи при температуре 600—700 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава.

Охлажденный тигель помещают во фторопластовый стакан, прибавляют 50 см³ горячей воды и при умеренном нагревании производят выщелачивание плава, после чего тигель удаляют из стакана, обмывая его стенки горячей водой. При окрашивании раствора в зеленый цвет соединениями марганца в начале кипячения добавляют к раствору несколько капель этилового спирта и кипятят раствор в течение 3—4 мин. Раствор охлаждают и вместе с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата (раствор может быть использован для определения окиси хрома по ГОСТ 25702.16—83).

Аликвотную часть раствора 10—20 см³ (в зависимости от содержания пятиоксида фосфора) помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают воды до 35 см³, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют азотной кислотой, разбавленной 1:1, до изменения окраски индикатора и сверх того добавляют 1—2 капли той же кислоты для создания рН 2 (рН проверяют по универсальной индикаторной бумаге). При окрашивании раствора в желтый цвет (в случае присутствия хрома) добавляют 2—3 капли сернистой кислоты или раствора кислого сернистокислого натрия до исчезновения желтой окраски и раствор кипятят несколько минут. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ реактивной жидкости, доливают до метки водой и пере-

мешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотозлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~ 400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиоксида фосфора находят по градуировочному графику.

2.2.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ вводят микробюреткой 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ раствора пятиоксида фосфора (раствор Б). Растворы в колбах разбавляют водой до 35 см³, приливают по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см³ реактивной жидкости и доливают до метки водой. Через 15 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотозлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~ 400 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиоксида фосфора (раствор Б).

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиоксида фосфора строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.3. Анализ рутилового концентрата

2.2.3.1. В никелевый, железный или стеклоглеродный тигель помещают 4 г гидроксида натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,2 г и сплавляют в муфельной печи при температуре 600—700 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава. Охлажденный тигель помещают во фторопластовый стакан и плав выщелачивают 50 см³ горячей воды, обмывая тигель несколько раз водой, перемешивают и раствор с осадком кипятят 2—3 мин, охлаждают и фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре дважды промывают горячей водой и отбрасывают.

Аликвотную часть раствора 10—20 см³ (в зависимости от содержания пятиоксида фосфора) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют азотной кислотой, разбавленной 1:1, до изменения окраски индикатора, добавляют 5 см³ той же кислоты, 5 см³ реактивной жидкости, доливают до метки водой и перемешивают. Спус-

тя 15 мин измеряют оптическую плотность раствора по отношению к раствору контрольного опыта на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~ 400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа

Массы пятиоксида фосфора находят по градуировочному графику

2 2 3 2 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см^3 вводят микробюреткой 0,5, 1,0, 2,0; 3,0 и $4,0 \text{ см}^3$ раствора пятиоксида фосфора (раствор В) Растворы в колбах разбавляют водой до 35 см^3 , приливают по 5 см азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см^3 реактивной жидкости, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п 2 2 3 1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиоксида фосфора (раствор В)

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиоксида фосфора строят градуировочный график

2 2 3 1, 2 2 3 2 (Измененная редакция, Изм. № 1).

2 2 4 Анализ цирконового концентрата

2 2 4 1 В никелевый, железный или стеклоуглеродный тигель помещают 4 г гидроксида натрия, расплавляют на электроплитке при 400°C до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,2 г и сплавляют в муфельной печи при температуре $600\text{--}700^\circ\text{C}$ в течение 15—20 мин до получения однородного плава (разложение концентрата можно проводить со смесью углекислого натрия и буры в платиновой чашке по п. 5 2 2 1) Охлажденный тигель помещают во фторопластовый стакан и плав выщелачивают 50 см^3 горячей воды при кипячении раствора в течение 2—3 мин Раствор с осадком охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , разбавляют до метки водой и перемешивают Раствор фильтруют через сухой фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата Аликвотную часть фильтрата $10\text{--}20 \text{ см}^3$ (в зависимости от ожидаемого содержания фосфора) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 Фильтрат нейтрализуют раствором серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм^3 , затем прибавляют 1 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм^3 , 8 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3, и 5 см^3 реак-

тивной жидкости. Через 5 мин объем раствора доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют через 15 мин на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~ 409 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, приведенного через все стадии анализа.

Массу пятиоксида фосфора находят по градуировочному графику.

2.2.4.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см^3 берут микробюретки 0,5, 1,0; 2,0, 3,0, 4,0 и $5,0 \text{ см}^3$ раствора пятиоксида фосфора (раствор В)

Добавляют по 8 см^3 раствора двуокиси кремния, нейтрализуют растворы раствором серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм^3 по фенолфталеину добавляют еще по 1 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм^3 , затем приливают по 8 см^3 раствора азотной кислоты, разбавленной 1:3 и по 5 см^3 реактивной жидкости. Спустя 5 мин растворы доводят до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 2.2.4.1. Раствором сравнения служит раствор, содержащий все реактивы, кроме раствора пятиоксида фосфора (раствор В) и раствора двуокиси кремния с массовой концентрацией 2 г/дм^3 .

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиоксида фосфора строят градуировочный график.

2.2.5. Анализ ниобиевого (пироклорового) концентрата.

2.2.5.1. Навеску анализируемой пробы массой $0,1\text{--}0,5 \text{ г}$ помещают в стакан вместимостью 100 см^3 , приливают 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:5, стакан накрывают часовым стеклом и кипятят в течение 15 мин при помешивании раствора. После охлаждения раствор с осадком фильтруют в мерную колбу вместимостью $50\text{--}200 \text{ см}^3$ (в зависимости от содержания пятиоксида фосфора), остаток на фильтре промывают 3—4 раза водой, объем в колбе доводят до метки водой и перемешивают.

2.2.5.2. Остаток после обработки азотной кислотой вместе с фильтром помещают в никелевый, железный или стеклоуглеродный тигель, высушивают, озоляют и прокалывают при $400\text{--}500^\circ\text{C}$. К прокаленному осадку добавляют 5 г гидроксида натрия и сплавляют в муфельной печи при температуре $600\text{--}700^\circ\text{C}$ в течение 15 мин до получения однородного плава. Плав переводят в стакан вместимостью 100 см^3 с помощью 15 см^3 горячего раствора хлористого натрия, разбавляют водой до 35 см^3 и растворяют при

нагревании. Для устранения влияния марганца (раствор окрашен в зеленый цвет) и хрома (раствор окрашен в желтый цвет) добавляют соответственно 2—3 капли или 1—2 см³ этилового спирта и кипятят раствор в течение 2—3 мин. Раствор охлаждают и вместе с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» в сухой стакан.

2.2.5.3. Аликвотные части фильтрата (полученного по п. 2.2.5.1 и 2.2.5.2) 1—20 см³ помещают в мерные колбы вместимостью по 50 см³, разбавляют водой до 35 см³ (если среда щелочная, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют азотной кислотой, разбавленной 1:1, до изменения окраски индикатора), добавляют 1 см³ раствора фтористого аммония, 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ реактивной жидкости, доводят до метки водой и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при 400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа

Массу пятиоксида фосфора находят по градуировочному графику (см. п. 2.2.1.2)

2.2.5—2.2.5.3. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю пятиоксида фосфора (X) в пересчете на сухое вещество в процентах при анализе лопаритового, ильменитового, рутилового и цирконового концентратов вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиоксида фосфора, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

2.3.1а. Массовую долю пятиоксида фосфора в пересчете на сухое вещество при анализе ниобиевого (пироклорового) концентрата после кислотного разложения (X_k) и щелочного сплавления (X_c) в процентах вычисляют по формуле

$$X_k, X_c = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиоксида фосфора, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

Общую массовую долю пятиоксида фосфора ($X_{\text{общ}}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{\text{общ}} = X_k + X_c$$

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 1.

Таблица 1

| Анализируемый концентрат | Массовая доля пятиоксида фосфора, % | Допускаемое расхождение, % |
|--------------------------------------|-------------------------------------|----------------------------|
| Лопаритовый | 0,050 | 0,015 |
| | 0,10 | 0,02 |
| | 0,30 | 0,03 |
| | 0,50 | 0,04 |
| | 0,05 | 0,01 |
| Рутиловый, ильменитовый и цирконовый | 0,15 | 0,02 |
| | 0,30 | 0,03 |
| | 0,05 | 0,01 |
| Ниобисвый (пирохлоровый) | 0,10 | 0,02 |
| | 0,50 | 0,05 |
| | 1,0 | 0,1 |
| Черновой ниобиевый (пирохлоровый) | 2,0 | 0,2 |
| | 5,0 | 0,4 |
| | 10,0 | 0,8 |
| | 15,0 | 1,2 |
| | 20,0 | 1,6 |

2.3.1; 2.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКСИДА ФОСФОРА (НАХОДЯЩЕГОСЯ В ВИДЕ АПАТИТА) В ЧЕРНОВОМ НИОБИЕВОМ (ПИРОХЛОРОВОМ) И ЛОПАРИТОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ

Метод основан на реакции образования в азотнокислой среде фосфорно-ванадий-молибденового гетерополисоединения, окрашенного в желтый цвет. Фосфор, находящийся в концентратах в

виде апатита, переводят в раствор обработкой навески азотной кислотой.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250 и 1000 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100, 500 и 1000 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки вместимостью 10 и 20 см³ без делений.

Пипетки вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Фильтры бумажные обезвоженные «белая лента».

Склянка темного стекла вместимостью 500 см³ с притертой пробкой.

Стекла часовые.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1, 1:3 и 1:5

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный из спиртового раствора в следующих условиях: навеску молибденовокислого аммония массой 250 г растворяют в 400 см³ воды, нагретой до 80°C, добавляют аммиак до появления запаха и фильтруют горячий раствор через фильтр в стакан, содержащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10°C и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см³, после чего их высушивают на воздухе.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75.

Жидкость реактивная, ванадиево-молибденовый раствор; готовят, как указано в п. 2.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, перекристаллизованный и высушенный, как указано в п. 2.1.

Растворы пятиоксида фосфора.

Растворы А и Б; готовят, как указано в п. 2.1.

1 см³ раствора А содержит 1,0 мг пятиоксида фосфора.

1 см³ раствора Б содержит 0,05 мг пятиоксида фосфора.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Анализ черногого ниобиевого (пирохлорового) концентрата

3.2.1.1 Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:5, стакан накрывают часовым стеклом и кипятят в течение 15 мин при перемешивании. После охлаждения раствор с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в стакан вместимостью 100 см³, отбрасывая первые порции фильтрата (при определении пятиоксида ниобия и пятиоксида фосфора из одной навески подготовку раствора к анализу проводят по ГОСТ 25702 8—83, п. 3).

Аликвотную часть фильтрата 3—10 см³ (в зависимости от содержания пятиоксида фосфора) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до 35 см³, добавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ реактивной жидкости, доливают до метки водой и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при 400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиоксида фосфора находят по градуировочному графику.

3.2.1.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ вносят микробюреткой 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора пятиоксида фосфора (раствор Б), разбавляют до 35 см³ водой, добавляют по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см³ реактивной жидкости, доливают водой до метки и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 3.2.1.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиоксида фосфора.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиоксида фосфора строят градуировочный график.

3.2.2. Анализ лопаритового концентрата

3.2.2.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:5, накрывают стакан часовым стеклом и кипятят в течение 15 мин. После охлаждения раствор вместе с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата. Аликвот-

ную часть фильтрата 10—20 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до 25 см³, добавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ реактивной жидкости, доливают до метки водой и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора на фотоэлектродколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при 400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к раствору контрольного опыта, прове- сению через все стадии анализа.

Массу пятиоксида фосфора находят по градуировочному гра- ф. 11

3.2.2.2 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят микробюреткой 0, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 и 5,0 см³ раствора пятиоксида фосфора (раствор Б). Растворы в колбах разбавляют водой до 35 см³, приливают по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см³ реактивной жидкости, доливают до метки водой и перемешивают. Спустя 15 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 3.2.2.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиоксида фосфора.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиоксида фосфора строят градуировочный график.

3.3 Обработка результатов

3.3.1 Массовую долю пятиоксида фосфора (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиоксида фосфора, найденная по градуировочному графику, мг,

V — объем анализируемого раствора, см³,

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5,

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³,

m — масса навески пробы, г,

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

3.3.2 Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Анализируемый концентрат | Массовая доля пятиокиси фосфора, % | Допускаемое расхождение, % |
|--------------------------------------|------------------------------------|----------------------------|
| Черновѣй ниобиевый (пирохлоровый) | 2,0 | 0,2 |
| | 4,0 | 0,4 |
| | 8,0 | 0,7 |
| | 10,0 | 0,8 |
| | 12,0 | 1,0 |
| | 15,0 | 1,2 |
| | 20,0 | 1,6 |
| Лопаритовый | 0,050 | 0,015 |
| | 0,10 | 0,02 |
| | 0,30 | 0,03 |
| | 0,50 | 0,04 |

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ФОСФОРА (ОБЩЕГО) В ЛОПАРИТОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ ПО РЕАКЦИИ ОБРАЗОВАНИЯ ВОССТАНОВЛЕННОГО ФОСФОРНО-МОЛИБДЕНОВОГО ГЕТЕРОПОЛИКОМПЛЕКСА

Метод основан на реакции образования восстановленного фосфорно-молибденового гетерополикомплеса, окрашенного в желтый цвет, в присутствии смеси сернокислого гидразина и хлорида олова в качестве восстановителя. Определение проводят после полного вскрытия пробы сплавлением с гидратом окиси натрия.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 200 °С.

Печь электрическая муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 800 °С.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Тигли никелевые вместимостью 50 см³.

Тигли стеклоуглеродные вместимостью 50 см³

Воронка Бюхнера.

Банки полиэтиленовые вместимостью 250 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200 и 1000 см³.

Мензурки мерные вместимостью 100 и 500 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки Мора вместимостью 5 и 10 см³.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см³ с делениями.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100, 250 и 500 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 25 и 50 см³.

Эксикатор.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:5.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный из спиртового раствора в следующих условиях: навеску молибденовокислого аммония массой 250 г растворяют в 400 см³ воды, нагретой до 80 °С, добавляют аммиак до появления запаха и фильтруют горячий раствор через фильтр в стакан, содержащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см³, после чего их высушивают на воздухе.

Из перекристаллизованной соли готовят раствор с массовой концентрацией 12 г/дм³ следующим образом: 1,2 г молибденовокислого аммония растворяют в 50 см³ нагретой до 50—60 °С воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 24 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, доводят водой до метки и перемешивают.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³ хранят в полиэтиленовой посуде.

Гидразин серноокислый по ГОСТ 5841—74, раствор с массовой концентрацией 1,2 г/дм³, готовят следующим образом: 0,12 г серноокислого гидразина растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 24 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Олово двуххлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³ готовят следующим образом: 0,25 г двуххлористого олова растворяют в 2 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1 при нагревании и разбавляют водой до 50 см³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87

Фенолфталеин по НТД, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³ готовят, как указано в п. 2.1

Раствор для разбавления; готовят следующим образом: 8 г гидрата окиси натрия растворяют в 100 см³ раствора хлористого натрия, разбавляют водой до 200 см³ и раствор фильтруют.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, перекристаллизованный и высушенный, как указано в п. 2.1.

Растворы пятиокси фосфора:

раствор А. Навеску однозамещенного фосфорнокислого калия массой 0,383 г переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 100 см³ воды, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг пятиокси фосфора.

Для приготовления раствора А допускается использовать од-замещенный фосфорнокислый калий, высушенный в течение суток в эксикаторе над серной кислотой;

раствор Б. Отбирают пипеткой 5 см³ раствора, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг пятиокси фосфора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Проведение анализа

4.2.1. В никелевый или стеклоуглеродный тигель помещают 4 г гидроокиси натрия, расплавляют на электроплитке при 400 °С до прекращения выделения пузырьков, т. е. до полного обезвоживания щелочи. После охлаждения тигля на поверхность застывшего плава помещают навеску пробы массой 0,1 г и сплавляют в муфельной печи при температуре 600—700 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава.

После охлаждения плав выщелачивают 50 см³ горячего раствора хлористого натрия и кипятят в течение 5 мин. Раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Фильтруют раствор через сухой фильтр «синяя лента», первые порции фильтрата отбрасывают. Аликвотную часть раствора 5—10 см³ (в зависимости от содержания пятиокси фосфора) вводят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и объем раствора до 10 см³ доводят раствором для разбавления, добавляют 1 см³ раствора фтористого аммония, раствор нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:5, по фенолфталеину, приливают 2,5 см³ раствора молибдата аммония, 2,5 см³ раствора сернокислого гидразина, разбавляют водой до 45 см³, приливают 0,5 см³ раствора двуххлористого олова, перемешивая раствор после добавления каждого реактива, доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют через 40 мин на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при 700 нм, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиоксида фосфора находят по градуировочному графику.

4.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят микробюреткой 0,1; 0,3; 0,5; 1,0; 2,0 и 2,5 см³ раствора пятиоксида фосфора (раствор Б), приливают до 10 см³ раствора для разбавления, добавляют 1 см³ раствора фтористого аммония, раствор нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:5, по фенолфталеину, приливают 2,5 см³ раствора сернокислого гидразина, разбавляют водой до 45 см³, приливают 0,5 см³ раствора двуххлористого олова, перемешивая раствор после добавления каждого реактива, доводят водой до метки и снова перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 4.2.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиоксида фосфора (раствора Б).

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиоксида фосфора строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю пятиоксида фосфора (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиоксида фосфора, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

4.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 3.

| Массовая доля пятиокиси фосфора, % | Допускаемое расхождение, % |
|------------------------------------|----------------------------|
| 0,05 | 0,01 |
| 0,10 | 0,02 |
| 0,30 | 0,03 |
| 0,50 | 0,04 |

4.3.1; 4.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ФОСФОРА (ОБЩЕГО) ПО РЕАКЦИЯМ ОБРАЗОВАНИЯ ТРОЙНЫХ ВОССТАНОВЛЕННЫХ ГЕТЕРОПОЛИКОМПЛЕКСОВ В РУТИЛОВОМ И ЦИРКОНОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Баня водяная.

Плитка электрическая.

Электродуховка муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 750—800 °С.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Воронка Бюхнера.

Капельницы вместимостью 25 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500 и 1000 см³.

Мензурки мерные вместимостью 100 и 500 см³.

Пипетки вместимостью 10 см³ с делениями.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см³ без делений.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100, 250 и 500 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 25 и 50 см³.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³ свежеприготовленный. При хранении в холодильнике годен к применению в течение 14 сут.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1 и 1:20.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный из спиртового раствора в следующих условиях: навеску молибденовокислого аммония массой 250 г растворяют в

400 см³ воды, нагретой до 80 °С, добавляют аммиак до появления запаха и фильтруют горячий раствор через фильтр в стакан, содержащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см³, после чего их высушивают на воздухе.

Из перекристаллизованной соли готовят раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³ следующим образом: 5 г молибденовокислого аммония растворяют в 50 см³ нагретой до 60—70 °С воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, перекристаллизованный и высушенный, как указано в п. 2.1.1.

Растворы пятиокиси фосфора:

растворы А и В; готовят, как указано в п. 2.1.1.

1 м³ раствора А содержит 1,0 мг пятиокиси фосфора.

1 см³ раствора В содержит 0,02 мг пятиокиси фосфора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы для анализа рутилового концентрата

Тигли кварцевые вместимостью 50 см³.

Тигли фарфоровые низкие № 4.

Колбы мерные вместимостью 50 и 100 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки вместимостью 25 см³ без делений.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100 см³.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172—76.

Титана двуокись марки ОС. Ч. 6—2.

Раствор сернокислого титана; готовят следующим образом: четыре навески двуокиси титана по 0,5 г каждая и по 5 г пироксернокислого калия помещают в четыре кварцевых тигля и сплавляют при температуре 750—800 °С в муфельной печи до получения прозрачных плавов. Плав охлаждают и каждый из них растворяют в 50—70 см³ серной кислоты, разбавленной 1:20 при температуре 50—60 °С. Растворы охлаждают и сливают в одну мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают той же кислотой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,004 г двуокиси титана.

5.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы при анализе цирконового концентрата

Тигли платиновые вместимостью 30 см³.

Чашки платиновые вместимостью 75 см³.

Бюретка вместимостью 10 см³.

Пипетки вместимостью 5 см³ с делениями.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 300 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 25 и 250 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с молярной концентрацией 3 моль/дм³.

Натрий тетраборнокислый 10-водный (бура) по ГОСТ 4199—76.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Смесь углекислого натрия и прокаленной буры в отношении 3:2.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³ готовят следующим образом: 0,1 г фенолфталеина растворяют в 70 см³ этилового спирта в мерной колбе вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Циркония хлорокись; раствор сернокислого циркония готовят следующим образом: навеску хлорокиси циркония массой 13,1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, смачивают 10 см³ воды, приливают 25 см³ серной кислоты и упаривают до начала выделения паров. Раствор охлаждают, приливают 5 см³ воды и снова упаривают до паров серной кислоты. После охлаждения содержимое стакана разбавляют 250 см³ воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³, объем раствора доводят до метки водой и перемешивают.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³ готовят, как указано в п. 2.1.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Анализ рутилового концентрата

Метод основан на образовании восстановительного фосфорно-титано-молибденового гетерополикомплекса, окрашенного в синий цвет, в присутствии восстановителя аскорбиновой кислоты. Определение проводят без отделения элемента основы — титана.

5.2.1.1. Навеску пробы массой 0,05 г помещают в кварцевый или фарфоровый тигель, добавляя 3 г пиросернокислого калия и 3—5 капель серной кислоты, смесь расплавляют в муфельной печи при 500—600 °С, перемешивают вращательным движением тигля и сплавляют при температуре 750—800 °С в течение 10—12 мин до получения прозрачного плава. После охлаждения к

содержимому тигля приливают 10—15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:20, и плав растворяют при умеренном нагревании. Раствор из тигля фильтруют через фильтр «белая лента», предварительно смоченный серной кислотой, разбавленной 1:20, в мерную колбу вместимостью 50 см³, обмывают тигель и фильтр той же кислотой. Общий объем серной кислоты, израсходованный на растворение плава и промывание, должен составлять 30—35 см³. К охлажденному раствору прибавляют пипеткой 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты (раствор тщательно перемешивают после добавления каждого реактива), доводят объем серной кислотой, разбавленной 1:20, до метки, раствор снова перемешивают и помещают на 15 мин в кипящую водяную баню.

После охлаждения измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтры с максимумом светопропускания при 760 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм от отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиоксида фосфора находят по градуировочному графику.

5.2.1.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят из бюретки 12 см³ раствора сернокислого титана, приливают из микробюретки 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ раствора пятиоксида фосфора (раствор Б), серной кислоты, разбавленной 1:20, до 30—35 см³, добавляют пипеткой по 5,0 см³ раствора молибденовокислого аммония и 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты. После добавления каждого реактива растворы тщательно перемешивают. Доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:20, снова перемешивают и помещают на 15 мин в кипящую водяную баню. Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 5.2.1.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиоксида фосфора (раствор Б).

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиоксида фосфора строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2.2. Анализ цирконового концентрата

Метод основан на реакции образования восстановленного тройного фосфорно-циркониево-молибденового комплекса, окрашенного в синий цвет, в присутствии аскорбиновой кислоты в ка-

честве восстановителя. Определение проводят без отделения элемента основы — циркония.

5.2.2.1. Навеску пробы массой 0,05 г помещают в платиновую чашку и сплавляют с 1 г смеси углекислого натрия и буры в муфельной печи при температуре 900—1000 °С в течение 7—10 мин до получения однородного плава. После охлаждения плава к содержимому чашки добавляют 25 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:20, и раствор нагревают до растворения солей. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора до 30 см³ серной кислотой, разбавленной 1:20, добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, стенки колбы обмывают раствором той же кислоты, тщательно перемешивают и добавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты.

Раствор в колбе доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:20, перемешивают и помещают на 15 мин на кипящую водяную баню

После охлаждения раствора измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 760 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу пятиоксида фосфора находят по градуировочному графику.

5.2.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ вводят пипеткой 8 см³ раствора двуокиси кремния, нейтрализуют по фенолфталеину раствором серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³, приливают 5 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 3 моль/дм³ и 3,3 см³ раствора сернокислого циркония, затем в колбы вводят из бюретки 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ раствора пятиоксида фосфора (раствор В). Растворы разбавляют серной кислотой, разбавленной 1:20 до объема 30 см³, добавляют по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и по 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты: растворы тщательно перемешивают после добавления каждого реактива, объем растворов доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:20, перемешивают и колбы помещают на 15 мин в кипящую баню. После охлаждения измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 5.2.2.1, по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора пятиоксида фосфора (раствор В).

По найденным значениям оптических плотностей и соответст-

вующим им массам пятиоксида фосфора строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю пятиоксида фосфора (X) в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиоксида фосфора, найденная по градуировочному графику, мг;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

5.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 4.

Таблица 4

| Массовая доля пятиоксида фосфора, % | Допускаемое расхождение, % |
|-------------------------------------|----------------------------|
| 0,05 | 0,01 |
| 0,15 | 0,02 |
| 0,30 | 0,03 |

Редактор Р. С. Федорова
Технический редактор В. Н. Прусакова
Корректор М. С. Кабашова

Сдано в набор 26 04 94 Подп в печ 23 06 94 Усл печ л 11,62. Усл кр-отт 11,74.
Уч-изд л 12,30 Тир 225 экз С 1461

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер. 14
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 944