УДК 622.346.2-15:546.18.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

## Метод определения фосфора

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of phosphorus content

**ГОСТ 2082.7—81**

Взамен
ГОСТ 2082.7—71

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1196 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.
до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотоколориметрический метод определения фосфора (при содержании от 0,005 до 0,05 %).

Метод основан на образовании фосфорномолибденованадиевой гетерополикислоты после выделения фосфора аммиаком совместно с гидроокисью железа.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 2082.0—81.

### 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр любого типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:2 и 1:99, освобожденная от окислов азота кипячением до полного обесцвечивания растворов.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Царская водка (смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1:3).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1 и 1:99.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 30 г/дм³.



gost.e-ecolog.ru

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75.

Реактивная смесь; готовят следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония помещают в стакан вместимостью 800—1000 см³, приливают 400—500 см³ воды, нагревают до растворения, охлаждают и переливают в темную склянку, содержащую 135 см³ азотной кислоты. Склянку с содержимым закрывают пробкой и ставят на 2 суток в темное место. Затем раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Одновременно в стакан вместимостью 400—500 см³ помещают 2,4 г ванадиевокислого аммония, приливают 100 см³ воды и 160 см³ разбавленной 1:5 серной кислоты. Раствор фильтруют в мерную колбу, в которой находится раствор молибденовокислого аммония, перемешивают, доливают до метки водой и вновь перемешивают. Раствор переливают в темную склянку с притертой пробкой. При хранении в темной склянке раствор устойчив несколько месяцев.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74.

Стандартный раствор фосфора; готовят следующим образом: 0,426 г двузамещенного фосфорнокислого аммония помещают в стакан вместимостью 100—150 см³ и растворяют в 50—70 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг фосфора.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, приливают 20 см³ царской водки, накрывают часовым стеклом и нагревают до полного удаления окислов азота. Часовое стекло снимают, обмывают водой над стаканом и осторожно выпаривают раствор до 1 см³. К остатку в стакане приливают 5 см³ разбавленной 1:2 азотной кислоты, 50 см³ воды и нагревают до кипения.

Нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 5—6 раз горячей разбавленной 1:99 азотной кислотой. Фильтр с осадком отбрасывают. Фильтрат нагревают до 60—70 °С, добавляют 1,5 см³ 3 %-ного раствора хлорного железа в гидрометаллургический концентрат, приливают разбавленный 1:1 аммиак до полного осаждения гидроокисей и оставляют на теплой плите для коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают на неплотный фильтр, промывают 6 раз разбавленным 1:99 раствором аммиака, смывают с неразвернутого фильтра небольшим количеством воды в стакан, в котором проводилось осаждение. Осаждение гидроокисей повторяют, как описано выше. Осадок гидроокисей фильтруют на тот же фильтр, промывают 5—6 раз разбавленным 1:99 раствором аммиака и растворяют на фильт-

ре в 15 см³ разбавленной 1:2 азотной кислоты, собирая раствор в коническую колбу вместимостью 100 см³. Фильтр промывают 2—3 раза горячей водой и промывные воды присоединяют к основному раствору. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают отмеренные пипеткой 10 см³ реактивной смеси, доливают водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 413 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание фосфора в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ микробюреткой отмеривают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора фосфора. В седьмую колбу стандартный раствор не вводят. Во все колбы приливают воду до объема 50 см³, по 15 см³ разбавленной 1:2 азотной кислоты, по 10 см³ (отмеренные пипеткой) реактивной смеси и далее продолжают, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который стандартный раствор фосфора не вводили. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям фосфора строят градуировочный график.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю фосфора ($X$) в процентах вычисляют по формуле

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

где $C$ — количество фосфора, найденное по градуировочному графику, мг;

$m$ — масса навески концентрата, г.

4.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

| Массовая доля фосфора, % | Допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| От 0,005 до 0,01 | 0,002 |
| Св. 0,01 » 0,03 | 0,003 |
| » 0,03 » 0,05 | 0,004 |
| » 0,05 » 0,1 | 0,006 |

**Изменение № 1 ГОСТ 2082.7—81 Концентраты молибденовые. Метод определения фосфора**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3887 срок введения установлен**

**с 01.05.87**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

*(Продолжение см. с. 60)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.7—81)*

Пункт 3.1. Второй абзац. Исключить слово: «3 %-ного; после слов «1:99 раствором аммиака» дополнить словами: «можно использовать гидроокиси, полученные при определении молибдена по ГОСТ 2082.3—81»,

(ИУС № 3 1987 г.)

**Изменение № 2 ГОСТ 2082.7—81 Концентраты молибденовые. Метод определения фосфора**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 04.10.91 № 1594**

**Дата введения 01.05.92**

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «при содержании от 0,005 до 0,05 %» на «при массовой доле от 0,005 до 0,1 %».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{ск}$) и воспроизводимости ($D$), приведенных в таблице.

*(Продолжение см. с. 22)*

| Массовая доля фосфора, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % | |
|---|---|---|
| | параллельных определений ($d_{сх}$) | анализов ($D$) |
| От 0,005 до 0,010 включ. | 0,002 | 0,003 |
| Св. 0,010 » 0,030 » | 0,003 | 0,005 |
| » 0,030 » 0,050 » | 0,004 | 0,006 |
| » 0,050 » 0,100 » | 0,006 | 0,008 |

(ИУС № 1 1992 г.)



gost.e-ecolog.ru