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/дм^3.

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 см^3, приливают 400—500 см^3 воды, нагревают до растворения, охлаждают и переливают в темную склянку, содержащую 135 см^3 азотной кислоты. Склянку с содержимым закрывают пробкой и ставят на 2 суток в темное место. Затем раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Одновременно в стакан вместимостью 400—500 см^3 помещают 2,4 г ванадиевокислого аммония, приливают 100 см^3 воды и 160 см^3 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 см^3 и растворяют в 50—70 см^3 воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,1 мг фосфора.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см^3, приливают 20 см^3 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 см^3. К остатку в стакане приливают 5 см^3 разбавленной 1:2 азотной кислоты, 50 см^3 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 см^3 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— 1 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 ($d_{сх}$) 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