

**Изменение № 2 ГОСТ 11884.4—78 Концентрат вольфрамовый. Метод определения содержания фосфора**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.05.87 № 1592**

**Дата введения 01.11.87**

Наименование. Исключить слова: «содержания», «content».

Вводная часть. Первый абзац. Заменить значение: 0,5 % на 2 %.

По всему тексту стандарта исключить обозначение: КШИ, заменить обозначение: КШ на КШ-1.

Пункт 1.2 исключить.

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.3, 1.4: «1.3. Правильность результатов анализа проверяют при помощи стандартных образцов (ГСО) состава вольфрамового концентрата ГСО 3459—86, ГСО 3460—86, ГСО 1883—86П одновременно с каждой партией анализируемого материала, а также при замене реактивов, растворов, длительных перерывах в работе и других изменениях, влияющих на результат анализа.

1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает установленных стандартом допускаемых расхождений при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 2.1. Четырнадцатый абзац после слова «фосфора» дополнить словами: «(раствор В)»;

дополнить абзацами: «Стандартный раствор фосфора (раствор Г) готовят разбавлением раствора В в 10 раз водой.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,01 мг фосфора».

(Продолжение см. с. 48)

*(Продолжение изменения к ГОСТ 11884.4—78)*

Пункт 3.1. Первый абзац после слова «концентрата» дополнить словами: «всех марок, кроме марок КШ-2, КШ-3, КШ-4».

Пункт 3.7. Первый абзац. Заменить слова: «стандартного раствора фосфора» на «раствора В».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.8—3.10: «3.8. Навеску концентрата марок КШ-2, КШ-3 и КШ-4 массой 0,1—0,25 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> смеси азотной и соляной кислот в соотношении 1:3, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают в течение 1 ч на кипящей водяной бане. Снимают часовое стекло и выпаривают раствор до получения влажного остатка (следует избегать перегрева). Выпаривание повторяют еще два раза, приливая каждый раз по 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают до объема 1—2 см<sup>3</sup>. К остатку от выпаривания приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, освобожденной от окислов азота и 10 см<sup>3</sup> воды, нагревают до кипения и охлаждают.

3.9. Раствор вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой, перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр с синей лентой в сухую колбу (первые порции фильтрата отбрасывают). От прозрачного фильтрата отбирают пипеткой аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> для КШ-2 и КШ-3 и 5 см<sup>3</sup> для КШ-4 в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 2—2,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, освобожденной от окислов азота, доливают водой до объема 35—40 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> ванадато-молибдатного реактива и перемешивают.

Через 15 мин раствор доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 413 нм, в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 или 10 мм.

*(Продолжение см. с. 49)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 11884.4—78)*

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта (берут аликвотную часть соответственно пробам).

По оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание фосфора по градуировочному графику.

3.10. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> при помощи бюретки отмеряют 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см<sup>3</sup> раствора Г (для кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм) и 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см<sup>3</sup> раствора В (для кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм).

Приливают в каждую колбу до 30 см<sup>3</sup> воды, 2,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, освобожденной от окислов азота и 5 см<sup>3</sup> ванадато-молибдатного реактива и перемешивают.

Через 15 мин растворы доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность по п. 3.9.

*(Продолжение см. с. 50)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 11884.4—78)

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям фосфора строят градуировочный график.

Пункт 4.2 после обозначения КШ(Т) дополнить обозначениями: «КШ-2, КШ-3 и КШ-4».

Пункт 4. Заменить номер пункта: 4 на 4.3.

таблицу дополнить значениями:

Массовая доля фосфора, %	Допускаемые расхождения, абс. %
Св. 0,5 до 1	0,05
» 1 » 2	0,06

(ИУС № 8 1987 г.)