

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А И Д А Р Т

---

# **КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ**

## **МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА**

Издание официальное

Б3 1-99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
М о с к в а

**КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ****Метод определения фосфора**

Tungsten concentrate.

Method of determination of phosphorus

**ГОСТ  
11884.4-78**

ОКСТУ 1709

**Дата введения 01.07.80**

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания фосфора при массовой доле его от 0,005 до 2 %.

Метод основан на образовании фосфорванадатомолибдатного комплекса и фотометрировании окрашенного соединения. Влияние вольфрама устраняется путем осаждения его в виде вольфрамовой кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

**I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

- 1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.
- 1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 11884.15.
- 1.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 11884.15.
- 1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

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

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

- 2.1. Для проведения анализа применяют:  
 фоторадиометр типа ФЭК-56М или типа КФК-2-УХЛ 4.2;  
 кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1:2;  
 кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:5;  
 кислоту соляную по ГОСТ 3118;  
 калия гидроокись, растворы с массовой долей 2 и 10 % по ГОСТ 24363;  
 кальций азотнокислый по ГОСТ 4142, раствор, приготовленный следующим образом: 59 г азотнокислого кальция растворяют приблизительно в 100 см<sup>3</sup> воды, фильтруют и доливают раствор водой до объема 500 см<sup>3</sup>;  
 промывную жидкость, приготовленную следующим образом: доливают водой 300 см<sup>3</sup> 10 %-ного раствора гидроокиси калия до объема 1000 см<sup>3</sup>, прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого кальция, энергично перемешивают, дают отстояться в течение 2 ч и фильтруют через беззольный фильтр средней плотности;
- аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 1 % в азотной кислоте с массовой долей 1 % (по объему);  
 аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765;  
 аммоний ванадиевокислый (мета) по ГОСТ 9336;  
 калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198;

## С. 2 ГОСТ 11884.4—78

ванадато-молибдатный реагент, приготовленный следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония растворяют при нагревании в 400—500 см<sup>3</sup> воды, полученный раствор, помешивая, вливают в темную склянку, содержащую 135 см<sup>3</sup> азотной кислоты, предварительно освобожденной от окислов азота кипячением. Склянку закрывают пробкой и ставят в темное место на двое суток. Затем раствор фильтруют. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>. Одновременно растворяют 2,4 г ванадиевокислого аммония в смеси, состоявшей из 100 см<sup>3</sup> воды и 160 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:5. Если раствор окажется мутным, его фильтруют. Далее раствор ванадата аммония, помешивая, вливают в мерную колбу, в которой находится раствор молибденовокислого аммония, и перемешивают. Доливают раствор водой до метки, вновь перемешивают и переливают в темную склянку с притертой пробкой (в темной склянке раствор устойчив в течение нескольких месяцев), если появляется муть, фильтруют.

Стандартный раствор фосфора (раствор В), приготовленный следующим образом: 0,4394 г однозамещенного фосфорнокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве воды и водой доливают до метки.

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

Стандартный раствор фосфора (раствор Г) готовят разбавлением раствора В в 10 раз водой.

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

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

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата всех марок, кроме марок КШ-2, КШ-3, КШ-4, массой 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см<sup>3</sup>, приливают 60 см<sup>3</sup> смеси азотной и соляной кислот в соотношении 1:3, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают в течение 2 ч на кипящей водянной бане или слое асбеста.

Снимают 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 раствор до объема 1—2 см<sup>3</sup>. К остатку от выпаривания приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, нагретой до 60—70 °С, и 10 см<sup>3</sup> воды. Содержимое стакана нагревают в течение нескольких минут.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Раствор охлаждают, фильтруют через фильтр с синей лентой, осадок вольфрамовой кислоты промывают на фильтре 7—8 раз раствором азотнокислого аммония. При анализе концентратов марок КВГ(Т), КВГ(К), КШ(Т) осадок вольфрамовой кислоты сохраняют.

3.3. При определении фосфора в концентратах марок КВГ, КШ-1, КМШ фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (если объем раствора больше 80 см<sup>3</sup>, его следует упарить), прибавляют отмеренные пипеткой 10 см<sup>3</sup> ванадато-молибдатного реагента и перемешивают. Через 15 мин раствор доливают водой до объема 100 см<sup>3</sup>, снова перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 413 нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4. Содержание фосфора в концентратах марок КВГ(Т), КВГ(К), КШ(Т) определяют следующим образом. Фильтрат от осадка вольфрамовой кислоты выпаривают до объема 20 см<sup>3</sup> и сохраняют (раствор А). Осадок вольфрамовой кислоты смывают минимальным количеством воды обратно в стакан, в котором проводилось разложение, и приливают 65 см<sup>3</sup> нагретого до кипения 10 %-ного раствора гидроокиси калия, после растворения вольфрамовой кислоты раствор фильтруют через тот же фильтр и промывают нерастворимый остаток 8—10 раз 2 %-ным раствором гидроокиси калия.

После этого раствор доливают водой до объема 250 см<sup>3</sup>, охлаждают, прибавляют 7 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого кальция, энергично перемешивают и оставляют на 2,5 ч.

3.5. Осадок гидроокиси кальция (и фосфорнокислого кальция) отфильтровывают через фильтр с синей лентой и промывают 8—10 раз промывной жидкостью. Затем осадок смывают струей воды в колбу, в которой проводилось осаждение, оставшиеся на фильтре частички осадка обрабатывают азотной кислотой, прибавляя ее по каплям, и промывают небольшим количеством воды.

К раствору с осадком прибавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят до растворения осадка (раствор Б).

3.6. Растворы А и Б объединяют и фильтруют через ватный тампон, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Пипеткой отбирают аликовитую часть раствора: объемом 50 см<sup>3</sup> при анализе концентратов марок КВГ(К), КВГ(Т) и 15 см<sup>3</sup> при анализе концентрата марки КШ(Т). Прибавляют столько азотной кислоты, освобожденной от окислов азота, чтобы в конечном объеме раствора содержалось 5 % кислоты.

Доливают раствор водой до объема 70—80 см<sup>3</sup>, приливают отмеренные пипеткой 10 см<sup>3</sup> ванадато-молибдатного реактива и перемешивают. Через 15 мин раствор доливают водой до объема 100 см<sup>3</sup>, снова перемешивают и измеряют оптическую плотность, как указано в п. 3.3.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание фосфора.

3.7. Для построения градиуровочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> при помощи микробюретки отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 и 5,0 см<sup>3</sup> раствора В. Приливают в каждую колбу по 70—80 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, освобожденной от окислов азота, и отмеренные пипеткой 10 см<sup>3</sup> ванадато-молибдатного реактива и перемешивают. Через 15 мин растворы доливают водой до метки, снова перемешивают и измеряют оптическую плотность, как указано в п. 3.3.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

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 аликовитую 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 фотозелектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 413 нм, в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 или 10 мм или применяя светофильтр с максимумом светопропускания 440 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

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

По оптической плотности анализируемого раствора устанавливают массовую долю фосфора по градиуровочному графику.

3.10. Для построения градиуровочного 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), 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), 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 11,0 см<sup>3</sup> раствора Г (для кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм).

Приливают в каждую колбу до 30 см<sup>3</sup> воды, 2,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, освобожденной от окислов азота, 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.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

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

**3.9, 3.10. (Измененная редакция, Изм. № 3).**

**3.8—3.10. (Введены дополнительно, Изм. № 2).**