

## МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛУРОДНЫЕ

Метод определения массовой доли  
оксида фосфора (V)Non-metallic ore materials.  
Method for determination of phosphorus  
pentoxide mass fractionГОСТ  
26318.10—84

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.86  
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на полевошпатовые и кварцполевошпатовые материалы, слюду, диопсид и устанавливает фотометрический метод определения массовой доли оксида фосфора (V).

Метод основан на образовании устойчивого в течение нескольких часов восстановленного комплексного соединения фосфорномолибденовой гетерополикислоты без предварительного отделения двуоксида кремния.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения массовой доли оксида фосфора (V) — по ГОСТ 26318.0—84.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

- 2.1. Для проведения анализа применяют:  
фотоэлектроколориметр;  
ареометры по ГОСТ 18481—81;  
кислоту серную по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации 5 моль/дм<sup>3</sup>, приготовленный следующим образом: к 740 см<sup>3</sup> воды осторожно при перемешивании приливают 260 см<sup>3</sup> кислоты (в термостойком стакане). Плотность охлажденного до 20 °С раствора должна быть 1,27—1,28 г/см<sup>3</sup>;  
кислоту аскорбиновую пищевую, раствор концентрации 7 г/дм<sup>3</sup>, готовят небольшими порциями в день употребления;

Перепечатка воспрещена

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, дважды перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при 105—110 °С;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор концентрации 25 г/дм<sup>3</sup>;

гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, раствор концентрации 1 г/дм<sup>3</sup>, готовят небольшими порциями; годен в течение 3 сут.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Приготовление составного реагента

К 70 см<sup>3</sup> 5 м серной кислоты приливают 50 см<sup>3</sup> молибденовокислого аммония. Перед применением к этой смеси приливают 30 см<sup>3</sup> сернокислого гидразина и перемешивают. При отсутствии сернокислого гидразина к смеси приливают 30 см<sup>3</sup> аскорбиновой кислоты.

#### 3.2. Приготовление стандартного раствора оксида фосфора (V)

0,9585 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в небольшом количестве воды в мерной колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают 10 см<sup>3</sup> полученного раствора в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. В 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержится 0,01 мг оксида фосфора (V).

#### 3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают: 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора оксида фосфора (V), что соответствует 0; 0,01; 0,03; 0,05; 0,07; 0,08 и 0,10 мг оксида фосфора (V). Во все колбы приливают воды до половины объема и 15 см<sup>3</sup> составного реагента. Доливают до метки водой, перемешивают и ставят на 10 мин на кипящую водяную баню. Растворы охлаждают и фотометрируют, применяя красный светофильтр (600—700 нм) и кюветы толщиной слоя 20 мм (или 50 мм при содержании оксида фосфора (V) менее 0,10 %).

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий оксида фосфора (V).

По данным оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям оксида фосфора (V) строят градуировочный график.

### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> анализируемого раствора 2 по ГОСТ 26318.1—84 при ожидаемом содержании оксида фосфора (V) до

0,2 %, а при более высоком содержании оксида фосфора (V) аликвотная часть может быть уменьшена до 1 см<sup>3</sup>. В другую мерную колбу на 50 см<sup>3</sup> отбирают такую же аликвотную часть раствора холостого опыта 2 по ГОСТ 26318.1—84. К растворам приливают по 15 см<sup>3</sup> составного реагента, доливают до метки водой, перемешивают и далее поступают, как при построении градуировочного графика.

Оптическую плотность полученного анализируемого раствора измеряют относительно раствора холостого опыта.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят содержание оксида фосфора (V), мг.

### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю оксида фосфора (V) (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса оксида фосфора (V), найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — общий объем анализируемого раствора 2 см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

$V_1$  — объем аликвотной части анализируемого раствора 2, взятый для проведения анализа, см<sup>3</sup>.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,01 % при содержании оксида фосфора (V) до 0,2 % и 0,02 % при содержании свыше 0,2 %.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

### РАЗРАБОТЧИКИ

Н. М. Золотухина, В. М. Горохова, Е. А. Пыркин, О. Н. Феодосьева, Э. И. Лопатина

- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31.10.84 № 3810
- 3. ВЗАМЕН** ГОСТ 20543.9—75 и ГОСТ 14328.6—77
- 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3765—78	2.1
ГОСТ 4198—75	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 5841—74	2.1
ГОСТ 18481—81	2.1
ГОСТ 26318.0—84	1.1
ГОСТ 26318.1—84	4.1

- 5. Срок действия продлен до 01.01.96** Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.90 № 3243
- 6. Переиздание (май 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1990 г. (ИУС 4—91)**