

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Методы определения пятиокиси фосфора

Refractory materials and products.
Methods for the determination of
phosphorus pentoxide

ОКСТУ 1509

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1312 срок действия установлен

ГОСТ
2642.10-86

Взамен
ГОСТ 2642.10-81

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземо-известковые и магнезиально-шпинелидные огнеупорные материалы (массы, мертели, порошки) и изделия и устанавливает фотометрические методы определения пятиокиси фосфора при массовой доле от 0,1 до 15%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0-86.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ФОСФОРА

[при массовой доле пятиокиси фосфора от 1 до 15%]

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности окраски восстановленного комплекса фосфорномолибденовой гетерополикислоты, окрашенного в синий цвет в кислой среде, в области светопропускания 620—640 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Печь муфельная с нагревом 900—1000 °С.

Тигли платиновые № 100—7 по ГОСТ 6563—75.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Калий углекислый по ГОСТ 4221—76.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при (400 ± 20) °С.

Смесь для сплавления 1: углекислый натрий, безводный тетраборнокислый натрий и углекислый калий смешивают в соотношении 1:1:1.

Смесь для сплавления 2: натрий углекислый и натрий тетраборнокислый безводные смешивают в соотношении 1:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:5, 1:3 и 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор молярной концентрации 5 моль/дм³.

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

Олово двуххлористое 2-водное по ГОСТ 36—78: 20 г двуххлористого олова растворяют при нагревании в 100 см³ раствора соляной кислоты (1:1), раствор охлаждают и сохраняют в сосуде из темного стекла с притертой пробкой (раствор А). Перед применением отбирают 1 см³ раствора А и разбавляют до 20 см³ раствором соляной кислоты (1:5). Раствор 0,01 г/см³.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, раствор 1,5 г/дм³; годен к применению в течение 3—4 суток.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х. ч., раствор 25 г/дм³: 2,5 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см³ 5 моль/дм³ раствора серной кислоты.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, х. ч.

Стандартный раствор пятиокиси фосфора: 0,1918 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного до постоянной массы при (110 ± 5) °С, растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией пятиокиси фосфора 0,0001 г/см³ (раствор Б).

Градуировочный стандартный раствор: 20 см³ стандартного раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Градуировочный раствор с массовой концентрацией пятиокиси фосфора 0,00001 г/см³ (раствор В).

Индикаторная бумага конго.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску анализируемого материала массой 0,2 г (при массовой доле пятиокиси фосфора до 5 %) и 0,1 г (при массовой доле пятиокиси фосфора выше 5 %) смешивают в платиновом тигле с

2—3 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при (950 ± 50) °С в течение 15—20 мин. Остывший тигель со сплавом помещают в стакан, в который предварительно налито 60 см³ раствора соляной кислоты (1:3). Растворение сплава проводят, поместив стакан на электроплитку со слабым нагревом. Полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

Для определения пятиокиси фосфора в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают линзеткой 5 или 10 см³, в зависимости от массовой доли, пятиокиси фосфора с расчетом, чтобы в аликовтной части раствора было не более 0,0003 г пятиокиси фосфора. Отобранный частью раствора нейтрализуют раствором аммиака (1:1) до переходного цвета бумаги конго, приливают 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, 4 см³ раствора сернокислого гидразина, 30—40 см³ воды, постепенно нагревают, перемешивают и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Затем раствор охлаждают, доводят до метки, перемешивают.

В качестве восстановителя допускается применение свежеприготовленного раствора двуххлористого олова с массовой концентрацией 0,01 г/см³ в объеме 5 см³.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 620—640 нм) в кювете с толщиной слоя 20 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, который проводят через все стадии анализа со всеми применяемыми реактивами.

Массу пятиокиси фосфора в граммах находят по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают аликовтные части градуировочного раствора: 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 см³, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030 г пятиокиси фосфора. Добавляют в каждую колбу воды до 30 см³, по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, по 4 см³ раствора сернокислого гидразина, 30—40 см³ воды, постепенно нагревают, перемешивают и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Растворы охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 620—640 нм) в кювете с толщиной слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиокиси фосфора в граммах строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю пятиокиси фосфора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 250 \cdot 100}{V \cdot m_1},$$

где m — масса пятиокиси фосфора, найденная по градуировочному графику, г;

250 — объем исходного раствора, см^3 ;

V — аликовотная часть исходного раствора, см^3 ;

m_1 — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице.

Массовая доля пятиокиси фосфора, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 2,5 включ.	0,15
Св. 2,5 » 5,0 »	0,25
» 5,0 » 15,0 »	0,30

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ФОСФОРА

[при массовой доле пятиокиси фосфора от 0,1 до 1,0%]

3.1. Определение массовой доли пятиокиси фосфора от 0,1 до 1,0 % проводят по ГОСТ 13997.12—84.

3.2. Подготовку исходных растворов проводят по разд. 3 или по ГОСТ 2642.4—86, разд. 3 с применением навески массой 0,2 г и аликовотной части исходного раствора 25 см^3 .

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения пятиокиси фосфора

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of phosphorus pentoxide.

Вводная часть. Заменить слова: «(массы, мертвли, порошки) и изделия» на «изделия и огнеупорное сырье».

Пункт 2.2. Заменить слова: «раствор 0,01 г/см³» на «раствор с массовой долей 1 %»; «раствор 1,5 г/дм³» на «раствор с массовой долей 0,15 %»; «раствор 25 г/дм³» на «раствор с массовой долей 2,5 %».

Пункт 2.3.1. Первый абзац дополнить словами: «При проведении анализа кремнеземистых огнеупоров и огнеупорного сырья исходный раствор готовят по ГОСТ 2642.4—86 (разд. 3) с массой навески 0,1—0,2 г».

Пункт 2.4.2. изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли пятиокиси фосфора приведены в таблице.

(Продолжение см. с. 136)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.10-86)

Массовая доля пятиокиси фосфора, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	d_{Δ}	d_s	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,016	0,020	0,017	0,010
Св. 0,2 > 0,5 >	0,02	0,03	0,03	0,02
> 0,5 > 1 >	0,09	0,11	0,09	0,06
> 1 > 2 >	0,13	0,16	0,13	0,08
> 2 > 5 >	0,20	0,25	0,20	0,13
> 5 > 10 >	0,3	0,4	0,3	0,2
> 10 > 15 >	0,4	0,5	0,4	0,3

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3: «3.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли пятиокиси фосфора приведены в таблице».

(ИУС № 5 1992 г.)