УДК 666.76:543.06:006.354 Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Методы определения пятиокиси фосфора

Refractory materials and products
Methods for the determination of
phosphorus pentoxide

ГОСТ 2642.10—86

Взамен
ГОСТ 2642.10—81

ОКСТУ 1509

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

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

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

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/дм^3.

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

Олово двухлористое 2-водное по ГОСТ 36—78: 20 г двухлористого олова растворяют при нагревании в 100 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), раствор охлаждают и сохраняют в сосуде из темного стекла с притертой пробкой (раствор А). Перед применением отбирают 1 см^3 раствора А и разбавляют до 20 см^3 раствором соляной кислоты (1:5). Раствор 0,01 г/см^3.

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

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х. ч., раствор 25 г/дм^3: 2,5 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см^3 5 моль/дм^3 раствора серной кислоты.

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

Стандратный 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 см^3, доводят до метки водой, перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией пятиокиси фосфора 0,0001 г/см^3 (раствор Б).

Градуировочный стандартный раствор: 20 см^3 стандартного раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Градуировочный раствор с массовой концентрацией пятиокиси фосфора 0,00001 г/см^3 (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 свыше 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 пипеткой 5 или 10 см³, в зависимости от массовой доли, пятиокиси фосфора с расчетом, чтобы в аликвотной части раствора было не более 0,0003 г пятиокиси фосфора. Отобранную часть 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 двухлористого 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 аликвотные 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 — аликвотная 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 аликвотной части исходного раствора 25 см^3.

Изменение № 1 ГОСТ 2642.10—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения пятиокиси фосфора

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07 02.92 № 119

Дата введения 01.07.92

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 protoxide».

Вводная часть. Заменить слова: «(массы, мертели, 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)

Массовая доля пятиокиси фосфора, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	$d_к$	$d_в$	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.)