УДК 622.367:546.18—31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛОРУДНЫЕ

Метод определения массовой доли оксида фосфора (V)

Non-metallic ore materials.
Method for determination of phosphorus pentoxide mass fraction

ГОСТ 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 двуокиси 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^3, приготовленный следующим образом: к 740 см^3 воды осторожно при перемешивании приливают 260 см^3 кислоты (в термостойком стакане). Плотность охлажденного до 20 °С раствора должна быть 1,27—1,28 г/см^3;

кислоту аскорбиновую пищевую, раствор концентрации 7 г/дм^3, готовят небольшими порциями в день употребления;

Перепечатка воспрещена

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

gost.e-ecolog.ru

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/дм³;

гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, раствор концентрации 1 г/дм³, готовят небольшими порциями; годен в течение 3 сут.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление составного реагента

К 70 см³ 5 м серной кислоты приливают 50 см³ молибденовокислого аммония. Перед применением к этой смеси приливают 30 см³ сернокислого гидразина и перемешивают. При отсутствии сернокислого гидразина к смеси приливают 30 см³ 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 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают 10 см³ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. В 1 см³ полученного раствора содержится 0,01 мг оксида фосфора (V).

3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают: 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 8,0 и 10,0 см³ 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 см³ 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 см³ отбирают аликвотную часть 10 см³ 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 см³. В другую мерную колбу на 50 см³ отбирают такую же аликвотную часть раствора холостого опыта 2 по ГОСТ 26318.1—84. К растворам приливают по 15 см³ 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 см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора 2, взятый для проведения анализа, см³.

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)

gost.e-ecolog.ru