МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ 2642.10— 2018

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида фосфора (V)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Научно-технический центр «Огнеупоры» (ООО «НТЦ «Огнеупоры»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2018 г. № 109-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 сентября 2018 г. № 610-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.10—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2019 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.10—86

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Требования безопасности 2
5 Фотометрический метод определения оксида фосфора (V) (при массовой доле от 0,1 % до 1,0 %) . 2
6 Фотометрический метод определения оксида фосфора (V) (при массовой доле от 1 % до 15 %) . . . 4
7 Обработка результатов определений 6
8 Протокол испытания 8

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

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида фосфора (V)

Refractories and refractory raw materials. Methods for determination of phosphorus (V) oxide

Дата введения — 2019—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, магнезиальношпинелидные, магнезиальносиликатные, магнезиальноизвестковые огнеупоры и огнеупорное сырье и устанавливает фотометрические методы количественного определения оксида фосфора (V) при массовой доле от 0,1 % до 15 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.4.253—2013 (EN 166:2002) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2642.0—2014 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 2642.4—2016 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида алюминия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4221—76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

ГОСТ 5841—74 Реактивы. Гидразин сернокислый

ГОСТ 6563—2016 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования[1)]

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты», за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0 с дополнением по 3.1.1.

3.1.1 Массовое соотношение компонентов в смесях для сплавления указано в порядке их перечисления.

4 Требования безопасности

4.1 Требования безопасности — по ГОСТ 2642.0 с дополнением по 4.1.1.

4.1.1 При проведении испытаний следует применять индивидуальные средства защиты глаз по ГОСТ 12.4.253.

5 Фотометрический метод определения оксида фосфора (V) (при массовой доле от 0,1 % до 1,0 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного в синий цвет комплекса фосфорномолибденовой гетерополикислоты, восстановленного сернокислым гидразином. Применяют спектрофотометр или колориметр при использовании красного светофильтра и длине волны 620—670 нм.

5.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданной температуры 110 °С с пределами допустимого отклонения ± 5 °С.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный или спектрофотометр.

Весы по ГОСТ 24104 или ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х.ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

Натрий тетраборнокислый безводный, изготовленный из 10-водного тетраборнокислого натрия, обезвоженного при температуре (400 ± 20) °С.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с молярной концентрацией эквивалента 10 моль/дм^3.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор с массовой долей 0,15 %; годен в течение 3—4 сут.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 2,5 %: 2,5 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 10 моль/дм^3.

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

Бумага индикаторная Конго по технической документации.

5.2.1 Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида фосфора (V) 0,0001 г/см^3 (раствор А): 0,1918 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного при температуре

110 °С до постоянной массы, растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Градуировочный раствор с массовой концентрацией оксида фосфора (V) 0,00001 г/см^3 (раствор Б): 20 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.2.2 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая отбирают аликвотные части градуировочного раствора Б: 1,0; 3,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см^3, что соответствует 0,00001; 0,00003; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020 г оксида фосфора (V). Добавляют соответственно в каждую колбу 19,0; 17,0; 15,0; 10,0; 5,0 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, 4 см^3 раствора сернокислого гидразина, 60—70 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Растворы охлаждают, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания — 620—670 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм или спектрофотометре.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, который проводят параллельно через все стадии анализа с теми же реактивами.

5.2.2.1 Градуировочную характеристику представляют в виде линейного уравнения или графика

Градуировочная характеристика в виде линейного уравнения

На основе полученных данных строят градуировочную характеристику по уравнению

$$\overline{D} = A + B \cdot m, \tag{1}$$

где $\overline{D}$ — среднее значение результатов двух измерений оптической плотности градуировочного раствора, Б;

m — масса оксида фосфора (V), г;

A и B — коэффициенты, определяемые методом наименьших квадратов по формулам:

$$A = \frac{\sum m_i^2 \sum \overline{D}_i - \sum m_i \sum m_i \overline{D}_i}{n \sum m_i^2 - (\sum m_i)^2}; \tag{2}$$

$$B = \frac{n \sum m_i \overline{D}_i - \sum m_i \sum \overline{D}_i}{n \sum m_i^2 - (\sum m_i)^2}, \tag{3}$$

где $\overline{D}_i$ — оптическая плотность i-го градуировочного раствора (среднее арифметическое значение по двум измерениям), Б;

m_i — масса оксида фосфора (V) в i-м градуировочном растворе, г;

i — номер градуировочного раствора;

n — количество градуировочных растворов.

Градуировочная характеристика в виде графика

На основании полученных данных строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность (D_i) — масса оксида фосфора (V) (m_i), указывают масштаб графика.

5.2.3 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Градуировочная характеристика считается приемлемой, если для каждого стандартного раствора отклонение среднего значения оптической плотности от градуировочной характеристики не превышает 5 %.

5.3 Проверка приемлемости аналитических сигналов фотоэлектроколориметра и спектрофотометра

При построении градуировочного графика, периодическом контроле стабильности градуировочной характеристики, а также при выполнении анализов выполняют проверку приемлемости аналитических сигналов фотоэлектроколориметра и спектрофотометра, полученных в условиях повторяемости.

Результат проверки признается приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{|D_{i1} - D_{i2}|}{\overline{D_i}} 100 \le K_{\Phi}, \quad (4)$$

где D_{i1} и D_{i2} — значения оптической плотности, полученные для i-го градуировочного раствора при двух измерениях, Б;

$\overline{D_i}$ — среднее значение результатов двух измерений оптической плотности i-го градуировочного раствора, Б;

K_{Φ} — норматив (допускаемое расхождение результатов измерений оптической плотности раствора), при доверительной вероятности 0,95, %;

K_{Φ} = 5 %.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 При проведении анализа исходный раствор готовят по ГОСТ 2642.4 (раздел 6) с аналитической пробой массой 0,2 г.

5.4.2 Для определения оксида фосфора (V) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотную часть раствора объемом 25 см^3. В аликвотной части раствора должно быть не более 0,0002 г оксида фосфора (V). Отобранную часть раствора нейтрализуют раствором аммиака, разбавленного 1:1, до переходного цвета бумаги Конго, приливают 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, 4 см^3 раствора сернокислого гидразина, 60—70 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Раствор охлаждают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания — 620—670 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм или спектрофотометре.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, который проводят параллельно через все стадии анализа с теми же реактивами.

Массу оксида фосфора (V) определяют по градуировочному графику.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю оксида фосфора (V) $W_{P_2O_5}$, %, вычисляют по формуле

$$W_{P_2O_5} = \frac{m250}{m_1 V} 100, \quad (5)$$

где m — масса оксида фосфора (V), найденная по градуировочному графику, г;

250 — объем исходного раствора, см^3;

m_1 — масса аналитической пробы, г;

V — аликвотная часть раствора, см^3.

5.5.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида фосфора (V) приведены в разделе 7 (таблица 1).

6 Фотометрический метод определения оксида фосфора (V) (при массовой доле от 1 % до 15 %)

6.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного в синий цвет комплекса фосфорномолибденовой гетерополикислоты, восстановленного сернокислым гидразином. Применяют спектрофотометр или колориметр при использовании красного светофильтра и длине волны 620—670 нм.

6.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры нагрева 900 °С— 1000 °С с пределами допустимого отклонения ± 50 °С.

Электроплитка закрытого типа по технической документации.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный или спектрофотометр.

Весы по ГОСТ 24104 или по ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II.

Тигли платиновые № 100-7 по ГОСТ 6563.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х.ч.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

Натрий тетраборнокислый безводный, изготовленный из 10-водного тетраборнокислого натрия, обезвоженного при температуре (400 ± 20) °С.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрацией 5 моль/дм^3.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор с массовой долей 0,15 %; годен к применению в течение 3—4 сут.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х.ч., раствор с массовой долей 2,5 %: 2,5 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией 5 моль/дм^3.

Олово (II) хлористое 2-водное по технической документации, раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см^3: 20 г двухлористого олова растворяют при нагревании в 100 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают и хранят в сосуде из темного стекла с притертой пробкой. Перед применением отбирают 1см^3 раствора и разбавляют до 20 см^3 раствором соляной кислоты, разбавленной 1:5.

Смесь для сплавления: углекислый натрий, безводный тетраборнокислый натрий и углекислый калий смешивают в соотношении 1:1:1 или углекислый натрий и безводный тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 1:2.

Бумага индикаторная Конго по технической документации.

6.2.1 Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор А готовят по 5.2.1.

Градуировочный раствор Б готовят по 5.2.1.

6.2.2 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая отбирают аликвотные части градуировочного раствора Б: 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 см^3, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030 г оксида фосфора (V). Добавляют соответственно в каждую колбу 30 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, 4 см^3 раствора сернокислого гидразина, 30—40 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Растворы охлаждают, доводят объем каждого раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре с красным светофильтром (область светопропускания — 620—670 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм или спектрофотометре.

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

Дальнейшие измерения проводят в соответствии с 5.2.2.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Аналитическую пробу массой 0,2 г (при массовой доле оксида фосфора (V) не более 5 %) или 0,1 г (при массовой доле оксида фосфора (V) 5 % и свыше) смешивают с 2—3 г смеси для сплавления в платиновом тигле и сплавляют в муфельной печи при температуре 950 °С в течение 15—20 мин. Остывший тигель со сплавом помещают в стакан, в который предварительно наливают 60 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1:3, и нагревают на электроплитке до полного растворения сплава.

Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

При проведении анализа кремнеземистых огнеупоров и огнеупорного сырья исходный раствор готовят по ГОСТ 2642.4 (раздел 6) с аналитической пробой 0,1—0,2 г.

6.3.2 Для определения оксида фосфора (V) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой аликвотную часть раствора объемом 5 или 10 см^3 [в зависимости от массовой доли оксида фосфора (V)] с расчетом, чтобы в аликвотной части раствора было не более 0,0003 г оксида фосфора (V).

Допускается использовать аликвотную часть раствора, полученную по ГОСТ 2642.4, раздел 7.

6.3.3 Отобранную часть раствора нейтрализуют раствором аммиака, разбавленного 1:1, до переходного цвета бумаги Конго, приливают 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, 4 см^3 раствора сернокислого гидразина, 30—40 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 10 минут. Раствор охлаждают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Допускается заменять раствор сернокислого гидразина свежеприготовленным раствором двухлористого олова с массовой концентрацией 0,01 г/см^3 в объеме 5 см^3.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре с красным светофильтром (область светопропускания — 620—670 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм или спектрофотометре.

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

Массу оксида фосфора (V) в граммах находят по градуировочному графику.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю оксида фосфора (V) $W_{P_2O_5}$, %, вычисляют по формуле

$$W_{P_2O_5} = \frac{m250}{Vm_1}100, \qquad (6)$$

где m — масса оксида фосфора (V), найденная по градуировочному графику, г;

250 — объем исходного раствора, см^3;

V — аликвотная часть исходного раствора, см^3;

m_1 — масса аналитической пробы, г.

6.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида фосфора (V) приведены в разделе 7, таблица 1.

7 Обработка результатов определений

7.1 Проверка приемлемости

Проверяют приемлемость результатов определений массовой доли оксида фосфора (V). Результат проверки считают удовлетворительным, если выполняется условие

$$\left|W_{P_2O_5\,1} - W_{P_2O_5\,2}\right| \le r, \qquad (7)$$

где $W_{P_2O_5\,1}, W_{P_2O_5\,2}$ — значения массовой доли оксида фосфора (V), полученные в условиях повторяемости опыта, %;

r — предел повторяемости, см. таблицу 1.

За результат определений массовой доли оксида фосфора (V) принимают среднеарифметическое значение $\overline{W}_{P_2O_5}$, полученное по двум последовательным определениям, удовлетворяющим требованию приемлемости.

Если условие (7) не выполнено, проводят два дополнительных определения и проверяют приемлемость вновь полученных результатов.

Если результаты дополнительных определений не удовлетворяют требованиям приемлемости, то за результат определений принимают среднеарифметическое значение четырех полученных значений при условии, что ряд последовательно полученных значений не возрастает или не убывает монотонно.

Примечание — Допускается проводить проверку приемлемости результатов в соответствии с документами, действующими на территории государства, применяющего стандарт[1)].

7.2 В документе о качестве результат определения массовой доли оксида фосфора (V) приводят в сокращенном формате без указания расширенной неопределенности.

По требованию заказчика результат определения массовой доли оксида фосфора (V) может быть приведен в полном формате

$$\left[W_{P_2O_5} \pm U\left(W_{P_2O_5}\right)\right], \quad (8)$$

где $U\left(W_{P_2O_5}\right)$ — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k=2.

Результат округляют до того же десятичного знака, которым заканчивается округленное значение расширенной неопределенности $U\left(W_{P_2O_5}\right)$.

Примеры

1 $W_{P_2O_5}$ ***= (0,103 ± 0,021) %.***

2 $W_{P_2O_5}$ ***= (10,1 ± 1,3) %.***

7.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Рассчитывают расхождение результатов определений массовой доли оксида фосфора (V), полученное в условиях прецизионности. При этом расхождение между двумя средними результатами определений не должно превышать норматив контроля $R_л$ (таблица 1).

$$\left|\overline{W}_{P_2O_{5_1}} - \overline{W}_{P_2O_{5_2}}\right| \le R_л, \quad (9)$$

где $\overline{W}_{P_2O_{5_1}}$, $\overline{W}_{P_2O_{5_2}}$ — первое и второе значения массовой доли оксида фосфора (V), %.

При превышении норматива измерения повторяют. При повторном превышении выясняют и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

7.4 Оперативный контроль точности

Контроль выполнения процедуры определений (контроль точности результатов измерений) проводят не реже одного раза в смену или одновременно с каждой партией рабочих проб. Для контроля точности результатов измерений применяют государственные стандартные образцы, стандартные образцы предприятия или смеси, аттестованные в установленном порядке. Если отклонение результата определения массовой доли оксида фосфора (V) в образце для контроля $\overline{W}_{P_2O_5}$ от аттестованного (расчетного) значения A_{co} не превышает норматива контроля K_T (см. таблицу 1)

$$\left|\overline{W}_{P_2O_5} - A_{co}\right| \le K_T, \quad (10)$$

результаты контрольной процедуры признают удовлетворительными. При невыполнении условия (10) определение повторяют. При повторном невыполнении условия (10) определения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля оксида фосфора (V)	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	$U(w)$	$R_л$	r	K_T
От 0,1 до 0,2 включ.	0,016	0,020	0,017	0,010
Св. 0,2 до 0,5 включ.	0,02	0,03	0,03	0,02
Св. 0,5 до 1 включ.	0,09	0,11	0,09	0,06

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Окончание таблицы 1

В процентах

Массовая доля оксида фосфора (V)	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	$U(w)$	$R_д$	r	$K_т$
Св. 1 до 2 включ.	0,13	0,16	0,13	0,08
Св. 2 до 5 включ.	0,20	0,25	0,20	0,13
Св. 5 до 10 включ.	0,3	0,4	0,3	0,2
Св. 10 до 15 включ.	0,4	0,5	0,4	0,3

8 Протокол испытания

Результаты определений записывают в протокол, в котором указывают:
- обозначение настоящего стандарта;
- наименование организации, проводившей испытание;
- обозначение испытуемого огнеупора или огнеупорного сырья, марку, номер партии;
- наименование предприятия-изготовителя;
- дату проведения испытания;
- метод определения оксида фосфора (V);
- значение результата определения оксида фосфора (V);
- должность, фамилию, имя, отчество исполнителя;
- подпись исполнителя.

Примечание — Допускается проводить оформление результатов измерений в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 либо с правилами, действующими на конкретном предприятии.

УДК 666.76:543.06:006.354 МКС 81.080

Ключевые слова: огнеупоры, огнеупорное сырье, оксид фосфора (V), фотометрический метод

БЗ 6—2018/37

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 18.09.2018. Подписано в печать 24.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru