Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ

Методы определения пятиокиси фосфора

ГОСТ 13997.12—84

Zirconium containing refractory materials and products.
Methods for determination of phosphorus pentoxide

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Дата введения 01.07.85

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения пятиокиси фосфора в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих (при массовой доле пятиокиси фосфора от 0,10 до 5 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13997.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ФОСФОРА

(при массовой доле пятиокиси фосфора от 0,10 до 1,0 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности окраски восстановленного фосфорномолибденового комплекса в кислой среде.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа КФК-2 или другие, обеспечивающие требуемую точность измерений.

Печь муфельная с нагревом 900—1000 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563, № 100—7.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоживают по ГОСТ 13997.3.

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

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

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 молярной концентрации эквивалента 10 моль/дм^3.

Индикаторная бумага конго.

gost.e-ecolog.ru

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч., стандартный раствор: 0,1918 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного до постоянной массы при 105—110 °С, растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой, перемешивают, массовая концентрация пятиокиси фосфора 0,0001 г/см^3 (раствор А).

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

Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией фосфора в пересчете на пятиокись фосфора 0,00001 г/см^3 (раствор Б).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску материала массой 0,2 г смешивают в платиновом тигле с 4—5 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при 900—950 °С в течение 20 мин. Остывший тигель со сплавом помещают в стакан, в который предварительно налито 80 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 3).

Растворение сплава проводят, поместив стакан на закрытую электроплитку со слабым нагревом. Полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

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

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 620—640 мм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм.

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

Массу пятиокиси фосфора в граммах определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотные части градуировочного стандартного 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 пятиокиси фосфора. Добавляют соответственно в каждую колбу 19,0; 17,0; 15,0; 10,0; 5,0 см^3 воды и по 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, по 4 см^3 раствора сернокислого гидразина, 60—70 см^3 воды, перемешивают и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Растворы охлаждают, доливают водой до метки, перемешивают.

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

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По найденным средним значениям оптической плотности из трех серий измерений и соответствующим им массам пятиокиси фосфора в граммах строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

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

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

250 — объем исходного раствора, см^3;

m_1 — масса навески пробы, г;

V — аликвотная часть раствора, см^3.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли пятиокиси фосфора приведены в таблице.

Массовая доля пятиокиси фосфора, %	Δ, %	Допускаемое расхождение, %		
		$d_к$	d_2	δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,02	0,02	0,02	0,01
Св. 0,2 » 0,5 »	0,03	0,03	0,03	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,09	0,11	0,09	0,06

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ФОСФОРА
(при массовой доле пятиокиси фосфора от 1 до 5 %)

3.1. Определение массовой доли пятиокиси фосфора проводят по ГОСТ 2642.10.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. А. Коробка, Г. И. Дмитренко, Л. А. Павлова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.09.84 № 3244

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13997.10—78

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.2	ГОСТ 4199—76	2.2
ГОСТ 2642.10—86	3.1	ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 5841—74	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 6563—75	2.2
ГОСТ 3765—78	2.2	ГОСТ 13997.0—84	1.1
ГОСТ 4198—75	2.2	ГОСТ 13997.3—84	2.2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1989 г. (ИУС 2—90)

gost.e-ecolog.ru