

**МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ  
ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ**

**Методы определения пятиоксида 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 пятиоксида фосфора в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих (при массовой доле пятиоксида 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 пятиоксида 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<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Гидразин сернистый 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<sup>3</sup> раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента 10 моль/дм<sup>3</sup>.

Индикаторная бумага конго.

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<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают, массовая концентрация пятиоксида фосфора 0,0001 г/см<sup>3</sup> (раствор А).

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

Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией фосфора в пересчете на пятиокись фосфора 0,00001 г/см<sup>3</sup> (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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Для определения пятиоксида фосфора в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть раствора 25 см<sup>3</sup>. В аликвотной части раствора должно быть не более 0,0002 г пятиоксида фосфора. Отобранную часть раствора нейтрализуют раствором аммиака (1 : 1) до переходного цвета бумаги конго, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония, 4 см<sup>3</sup> раствора сернического гидразина, 60—70 см<sup>3</sup> 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 нм) 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 пятиоксида фосфора в граммах определяют по градуировочному графику.

#### 2.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают аликвотные части градуировочного стандартного раствора Б: 1,0; 3,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см<sup>3</sup>, что соответствует 0,00001; 0,00003; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020 г пятиоксида фосфора. Добавляют соответственно в каждую колбу 19,0; 17,0; 15,0; 10,0; 5,0 см<sup>3</sup> воды и по 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония, по 4 см<sup>3</sup> раствора сернического гидразина, 60—70 см<sup>3</sup> 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 пятиоксида фосфора в граммах строят градуировочный график.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 2.4. Обработка результатов

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

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

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

250 — объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески пробы, г;

$V$  — аликвотная часть раствора, см<sup>3</sup>.

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

| Массовая доля пятиоксида фосфора, % | $\Delta$ , % | Допускаемое расхождение, % |       |          |
|-------------------------------------|--------------|----------------------------|-------|----------|
|                                     |              | $d_1$                      | $d_2$ | $\delta$ |
| 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 ПЯТИОКСИДА ФОСФОРА (при массовой доле пятиоксида фосфора от 1 до 5 %)

3.1. Определение массовой доли пятиоксида 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)