ГОСТ 25542.5—93
(ИСО 2829—73)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ФОСФОРА

Издание официальное

БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Госдепартамент Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.5—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25542.5—83

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

УДК 622.349.2:546.185—31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Метод определения оксида фосфора

Alumina. Method for the determination of phosphorus oxide

ГОСТ 25542.5—93 (ИСО 2829—73)

ОКСТУ 1701

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт распространяется на глинозем и устанавливает фотометрический метод определения оксида фосфора (V) при массовой доле от 0,001 до 0,01 %, а также метод определения фосфора по международному стандарту ИСО 2829—73 (см. приложение).

Метод основан на щелочном разложении пробы, образовании при соответствующей кислотности раствора фосфорномолибденовой гетерополикислоты, восстановлении ее аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяновинно-кислого калия до молибденовой сини и измерении оптической плотности раствора при длине волны 720 нм или в области светопропускания от 630 до 650 нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам химического анализа — по ГОСТ 25542.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 0,5 и 8 моль/дм^3.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 1 %, свежеприготовленный.

Аммоний молибденово-кислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 1 %. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде не более 14 сут.

Калий сурьмяновинно-кислый, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,15 %.

Издание официальное

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Натрий тетраборно-кислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре 400 °С.

Раствор-фон: 12 г углекислого натрия и 4 г борной кислоты или 10,3 г углекислого натрия и 3,3 г тетраборно-кислого натрия помещают в платиновую чашку, перемешивают и растворяют при нагревании в 100 см³ воды. Раствор охлаждают, переносят в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 48 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Калий фосфорно-кислый, однозамещенный по ГОСТ 4198.

Стандартные растворы фосфора

Раствор А: 0,1920 г предварительно высушенного в эксикаторе над серной кислотой однозамещенного фосфорно-кислого калия растворяют в 25 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³ в мерной колбе вместимостью 1000 см³, раствор доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г оксида фосфора (V).

Раствор Б: 20,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,000004 г оксида фосфора (V).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При массовой доле оксида кремния до 0,02 % аликвотную часть объемом 50 см³ серно-кислого раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора в колбе доводят до 80 см³ раствором серной кислоты 0,5 моль/дм³, затем при перемешивании добавляют 1 см³ раствора сурьмяновинно-кислого калия, 10 см³ раствора молибденово-кислого аммония и 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Через 10 мин, но не позднее чем через 2 ч, измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 720 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 630 до 650 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу оксида фосфора в растворе находят по градуировочному графику.

3.2. При массовой доле оксида кремния свыше 0,02 % аликвотную часть объемом 100 см³ серно-кислого раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, помещают в стакан вместимостью 250 см³ и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают и растворяют в горячей воде. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Затем раствор фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» в сухую коническую колбу, первые порции фильтрата отбрасывают. 50,0 см³ фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем раствора в колбе доводят до 80 см³ раствором серной кислоты 0,5 моль/дм³, и далее поступают согласно п. 3.1.

3.3. Для построения градуировочного графика в девять мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают по 50 см³ раствора-фона, затем добавляют 0; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,000004; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00006; 0,00008 и 0,0001 г оксида фосфора. Все колбы доливают до объема 80 см³ раствором серной кислоты 0,5 моль/дм³ и далее поступают согласно п. 3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора фосфора.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам оксида фосфора строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю фосфора (V) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V_1}{m V_2} \cdot 100,$$

где m_1 — масса оксида фосфора (V), найденная по градуировочному графику, г;

V_1 — объем основного раствора, см³;

m — масса навески глинозема, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³.

4.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида фосфора, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	d_{ex}	d_{ac}
До 0,0010	0,0004	0,0005
Св. 0,001 до 0,005 включ.	0,001	0,002
» 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА С ПРИМЕНЕНИЕМ ВОССТАНОВЛЕННОГО ФОСФОМОЛИБДАТА (ИСО 2829—73)

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения содержания фосфора с применением восстановленного фосфомолибдата аммония в глиноземе, преимущественно используемом для производства алюминия.

Настоящий метод применяют для определения фосфора при содержании его в глиноземе в пересчете на P_2O_5, более 0,0005 %.

2. ССЫЛКА

ГОСТ Р 50332.1 «Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления раствора.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Приготовление раствора пробы для анализа, используя щелочное сплавление или смесь карбоната натрия и борной кислоты, или смесь карбоната натрия и тетрабората натрия. Растворение расплава в азотной кислоте и доведение значения pH соответствующей аликвоты до 2.

Образование фосфомолибденового комплекса и экстрагирование 2-метил-1-пропанолом в среде серной кислоты.

Восстановление комплекса хлоридом олова (II) в органической фазе и спектрофотометрическое измерение восстановленного комплекса, содержащегося в органической фазе, при длине волны 730 нм.

4. РЕАКТИВЫ

При испытании следует применять дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1. Карбонат натрия безводный.

4.2. Борная кислота (H_3BO_3) или

4.2.1. Тетраборат натрия безводный ($Na_2B_4O_7$).

4.3. 2-метил-1-пропанол (изобутиловый спирт), ρ 0,805 г/см³.

4.4. Азотная кислота, раствор 8 моль/дм³.

Разбавляют 540 см³ раствора азотной кислоты, ρ 1,40 г/см³ (68 %-ный раствор), водой до 1000 см³.

4.5. Серная кислота, раствор 1 моль/дм³ готовят следующим образом: осторожно добавляют небольшими порциями 280 см³ серной кислоты, ρ 1,84 г/см³ (96 %-ный раствор), к 500 см³ воды и после охлаждения разбавляют до 1000 см³.

4.6. Серная кислота, приблизительно раствор 1 моль/дм³

Берут 100 см³ раствора серной кислоты (п. 4.5) и разбавляют водой до 1000 см³.

4.7. Серная кислота, приблизительно раствор 0,5 моль/дм³

Берут 250 см³ раствора серной кислоты (п. 4.6) и разбавляют водой до 500 см³.

4.8. Уксуснокислый аммоний, раствор 500 г/дм³.

4.9. Сульфат железа (III), кислый раствор: растворяют 0,5 г нонагидрата сульфата железа (III) $[Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O]$ в 50 см³ воды, содержащих 2 см³ раствора хлорной кислоты, ρ 1,60 г/см³ (64,5 %-ный раствор), и разбавляют до 100 см³.

1 см³ полученного раствора содержит 0,001 г Fe(III).

Примечание. При отсутствии нонагидрата сульфата железа (III) квалификации ч.д.а. могут применяться железоаммониевые квасцы. В этом случае для получения раствора с такой же концентрацией железа (III) растворяют вместо 0,5 г нонагидрата сульфата железа (III) 0,86 г железоаммониевых квасцов $[FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$.

4.10. Двойная соль сульфата аммония и сульфата железа (II), кислый раствор, готовят следующим образом: растворяют 0,5 г двойной соли сульфата аммония и сульфата железа (II) $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ в 50 см³ воды, содержащей 0,5 см³ раствора хлорной кислоты, ρ 1,60 г/см³ (64,5 %-ный раствор) и разбавляют до 100 см³.

1 см³ полученного раствора содержит около 0,0007 г Fe (II).

Готовят раствор непосредственно перед применением.

4.11. Молибдат аммония, кислый раствор, приготовленный из расчета 25 г на 1 дм³. Растворяют 5 г тетрагидрата молибдата аммония $([NH_4)_6Mo_7O_{24} \times 4H_2O]$ в воде при 60 °С. Охлаждают и разбавляют до 100 см³. Добавляют к раствору 100 см³ раствора серной кислоты (п. 4.5) и перемешивают.

Хранят раствор в пластмассовой бутыли.

4.12. Промывной раствор

Насыщают при температуре окружающей среды приблизительно 500 см³ раствора серной кислоты (п. 4.7) 2-метил-1-пропанолом.

4.13. Хлорид олова, раствор в соляной кислоте 2,38 г/дм³: растворяют 1,19 г дигидрата хлорида олова $(SnCl_2 \cdot 2H_2O)$ в 85 см³ раствора соляной кислоты, ρ 1,19 г/см³ (38 %-ный раствор) разбавляют до 500 см³ и переносят раствор в пластмассовую бутыль.

Готовят раствор непосредственно перед применением.

4.14. Эталонный раствор фосфора, соответствующий 0,400 г оксида фосфора на 1 дм³

Взвешивают с точностью до 0,0001 г 0,7668 безводного однозамещенного фосфата калия (KH_2PO_4), предварительно высушенного над 12 моль/дм³ серной кислотой. Растворяют в воде, переносят с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают.

1 см³ полученного эталонного раствора содержит 0,4 мг оксида фосфора.

4.15. Эталонный раствор фосфора, соответствующий 0,010 г оксида фосфора на 1 дм³.

Помещают 25,0 см³ эталонного раствора фосфора (п. 4.15) в мерную колбу вместимостью 1000 см³ с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают.

1 см³ полученного эталонного раствора содержит 0,01 мг оксида фосфора.

4.16. Эталонный раствор фосфора, соответствующий 0,0010 г оксида фосфора на 1 дм³.

Помещают 25,0 см³ эталонного раствора фосфора (п. 4.15) в мерную колбу вместимостью 250 см³ с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают.

1 см³ полученного эталонного раствора содержит 0,001 мг оксида фосфора.

5. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также оборудование, указанное в пп. 5.1—5.5.

5.1. Аппаратура, указанная в рекомендации ИСО Р 804 (ГОСТ Р 50332.1).

5.2. Бюретка с ценой деления 0,05 см³.

5.3. Делительная воронка вместимостью 200 см³ с притертыми стеклянными пробками.

5.4. pH-метр со стеклянным электродом.

5.5. Спектрофотометр

Примечание. Лабораторная посуда, включая реактивные склянки, должна быть изготовлена из боросиликатного стекла или стекла, не реагирующего с фосфором.

Допускается применять пластмассовую посуду. Лабораторную посуду осторожно промывают приблизительно 6 моль/дм³ раствором соляной кислоты, затем тщательно ополаскивают водой.

6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. Приготовление раствора для испытания (основной раствор)

Применяя аппаратуру, указанную в п. 5.1, и по ГОСТ Р 50332.1 готовят 250 см³ основного раствора

6.2. Контрольный опыт

Одновременно с определением проводят контрольный опыт в соответствии с ГОСТ Р 50332.1 по аналогичной методике с применением тех же реактивов, которые используются для определения, исключая пробу глинозема классификации ч.

6.3. Построение градуировочного графика

6.3.1. Приготовление контрольных колориметрических растворов для спектрофотометрических измерений при оптической длине пути 1 см.

6.3.1.1. Отбор аликвот контрольных растворов

В шесть делительных воронок помещают последовательно с помощью бюретки объемы эталонных растворов фосфора (п. 4.16), указанные в табл. 2.

Таблица 2

Объем эталонного раствора фосфора, см³	Соответствующий объем оксида фосфора, см³
0*	0
5,0	0,005
10,0	0,010
15,0	0,015
20,0	0,020
25,0	0,025

* Компенсирующий раствор.

Содержимое каждой делительной воронки разбавляют водой, доводя объем до 60 см³, затем добавляют 10 см³ раствора сульфата железа (III), 1 см³ раствора двойной соли сульфата аммония и сульфата железа и перемешивают.

6.3.1.2. Образование окисленного фосфомолибденового комплекса и экстрагирование восстановленного комплекса.

Добавляют в каждую делительную воронку 3 см³ раствора серной кислоты (п. 4.6), затем 7,5 см³ раствора молибдата аммония, перемешивают и выдерживают 10 мин. Добавляют 25 см³ 2-метил-1-пропанола и энергично встряхивают в течение 1 мин. После отстаивания и раздела фаз сливают водную фазу и отбрасывают ее. К органической фазе добавляют 30 см³ промывного раствора, встряхивают в течение 1 мин, сливают водную фазу и отбрасывают ее. Повторяют такую промывку еще раз.

Затем добавляют 30 см³ раствора серной кислоты (п. 4.6) и 0,5 см³ раствора хлорида олова, встряхивают в течение 30 с, дают возможность отделиться водной фазе и отбрасывают ее.

Переносят органическую фазу в предварительно высушенную мерную колбу вместимостью 25 см³ с одной меткой. Промывают делительную воронку 1—2 см³ 2-метил-1-пропанола, перенося промывные воды в ту же мерную колбу, и разбавляют до метки 2-метил-1-пропанолом. Перемешивают и выдерживают в темном месте не менее 10 мин.

6.3.2. *Спектрофотометрические измерения*

После выдерживания растворов не менее 10 мин, но не более 60 мин, выполняют спектрофотометрические измерения с помощью спектрофотометра при длине волны 730 нм после установки прибора на нулевое поглощение по компенсирующему раствору.

6.3.3. *Построение градуировочного графика*

Строят график, откладывая по оси абсцисс массу P_2O_5, выраженную в мг, в 25 см³ контрольного колориметрического раствора, а по оси ординат — соответствующую величину поглощения.

6.4. Определение

6.4.1. *Обработка раствора для испытания*

Отбирают объем раствора для испытания, содержащий фосфор в пересчете на оксид фосфора, в количестве от 0,025 мг. Доводят pH до 2±0,1, добавляя небольшими порциями раствор уксуснокислого аммония и проверяя pH-метром. Переносят раствор количественно в одну из делительных воронок.

Увеличивают объем раствора приблизительно до 60 см³, добавляют 1 см³ раствора сульфата железа (III), 1 см³ раствора двойной соли сульфата аммония и сульфата железа (II) и перемешивают.

6.4.2. *Образование окисленного фосфомолибденового комплекса и экстрагирование восстановленного комплекса*

Следуют правилам, указанным в п. 6.3.1.2.

6.4.3. *Спектрофотометрические измерения*

Выполняют спектрофотометрические измерения органических фаз, полученных из раствора для испытания и раствора контрольного опыта, следуя правилам, указанным в п. 6.3.2, после установки прибора на нулевое поглощение по 2-метил-1-пропанолу.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Определяют по градуировочному графику массу оксида фосфора, соответствующую величине поглощения.

Массовую долю оксида фосфора (P_2O_5) в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{(m_1-m_2)\cdot D\cdot 100}{1000\cdot m_0} = \frac{(m_1-m_2)\cdot D}{10m_0},$$

где m_0 — масса пробы для анализа, использованная для приготовления основного раствора, г;

m_1 — масса оксида фосфора, найденная в аликвоте раствора для испытания, мг;

m_2 — масса оксида фосфора, найденная в соответствующей аликвоте раствора контрольного опыта, мг;

D — отношение объема основного раствора Р к объему аликвоты этого раствора, взятой для определения.

8. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

Протокол анализа должен содержать следующие данные:

идентификацию исследуемого материала;

ссылку на примененный метод;

результаты анализа и метод их выражения;

особенности, отмеченные в процессе анализа;

любые операции, не предусмотренные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4198—75	2
ГОСТ 4199—76	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 9656—75	2
ГОСТ 25542.0—93	1
ГОСТ Р 50332.1—92	3.1, 3.2, Приложение

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *Н. И. Ильичева*

Сдано в наб. 14.06.95. Подп. в печ. 28.07.95. Усл. п. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70. Уч.-изд. л. 0,63. Тир. 414 экз. С 2690.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1456
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru