МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 25542.5— 2019

ГЛИНОЗЕМ

Методы определения оксида фосфора

(ISO 2829:1973, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Закрытым акционерным обществом «РУСАЛ Глобал Менеджмент Б.В.» (ЗАО «РУСАЛ Глобал Менеджмент Б.В.»), Объединением производителей, поставщиков и потребителей алюминия (Алюминиевая ассоциация)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 099 «Алюминий»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2019 г. № 55)

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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 сентября 2019 г. № 689-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.5—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 декабря 2019 г.

5 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ISO 2829:1973 «Глинозем, преимущественно используемый для производства алюминия. Определение содержания фосфора. Спектрофотометрический метод с восстановленным фосфомолибдатом» («Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium — Determination of phosphorus content — Reduced phosphomolybdate spectrophotometric method», NEQ)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 25542.5—93

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019

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 Фотометрический метод определения оксида фосфора (V) 2
4.1 Назначение и область применения 2
4.2 Аппаратура, реактивы и растворы 2
4.3 Растворы 2
4.4 Проведение анализа 3
4.5 Обработка результатов 3
5 Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора с применением восстановленного фосфомолибдата 4
5.1 Назначение и область применения 4
5.2 Сущность метода 4
5.3 Реактивы 4
5.4 Аппаратура 5
5.5 Проведение анализа 5
5.6 Обработка результатов 6
6 Протокол анализа 7

ПОПРАВКИ, ВНЕСЕННЫЕ В МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

17 МЕТРОЛОГИЯ И ИЗМЕРЕНИЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ

МКС 17.060

Поправка к ГОСТ 25542.5—2019 Глинозем. Методы определения оксида фосфора

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Библиографические данные	МКС 17.060	МКС 73.060.40

(ИУС № 3 2020 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Методы определения оксида фосфора

Alumina. Methods for the determination of phosphorus oxide

Дата введения — 2019—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на глинозем и устанавливает фотометрический метод определения оксида фосфора (V) при его массовой доле от 0,0004 % до 0,01 % и спектрофотометрический метод определения содержания фосфора с применением восстановленного фосфомолибдата при содержании фосфора в глиноземе в пересчете на P_2O_5 более 0,0005 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 36 Реактивы. Олово двухлористое 2-водное. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4198 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

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

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4208 Реактивы. Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5100 Сода кальцинированная техническая. Технические условия

ГОСТ 9485 Реактивы. Железо (III) сернокислое 9-водное. Технические условия

ГОСТ 9536 Спирт изобутиловый технический. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

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

ГОСТ 23201.3 (ИСО 804—76, ИСО 2073—76) Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления растворов[1)]

ГОСТ 25542.0 Глинозем. Общие требования к методам химического анализа

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по

[1)] В Российской Федерации действует также ГОСТ Р 50332.1—92 (ИСО 804—76, ИСО 2073—76) «Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления растворов».

Издание официальное

стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

Общие требования к методам химического анализа — по ГОСТ 25542.0.

4 Фотометрический метод определения оксида фосфора (V)

4.1 Назначение и область применения

Фотометрический (арбитражный) метод определения оксида фосфора (V) при его массовой доле в глиноземе от 0,0004 % до 0,01 % основан на щелочном разложении пробы, образовании при соответствующей кислотности раствора фосфорномолибденовой гетерополикислоты, восстановлении ее аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяновиннокислого калия до молибденовой сини и измерении оптической плотности раствора при длине волны 720 нм или в области светопропускания от 630 до 670 нм.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.
Стеклоуглеродная посуда марки СУ-2000[1)].
Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 0,25 и 4 моль/дм^3.
Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 1 %, свежеприготовленный.
Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 1 %.

Примечание — Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде не более 14 сут.

Калий сурьмяновиннокислый, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,15 %.
Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.
Кислота борная по ГОСТ 9656.
Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре 400 °С.
Калий фосфорнокислый, однозамещенный по ГОСТ 4198.

4.3 Растворы

Раствор-фон: 48 г углекислого натрия и 16 г борной кислоты или 41,2 г углекислого натрия и 13,2 г тетраборнокислого натрия помещают в кварцевый или стеклоуглеродный стакан вместимостью 1000 см^3, перемешивают и растворяют при нагревании в 400 см^3 воды. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, содержащую 192 см^3 раствора серной кислоты 4 моль/дм^3. Раствор охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартные растворы фосфора:

- раствор А: 0,1920 г предварительно высушенного в эксикаторе над серной кислотой однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в 25 см^3 раствора серной кислоты 4 моль/дм^3 в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Примечание — 1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г оксида фосфора (V);

- раствор Б: 20,0 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

Примечание — 1 см^3 раствора Б содержит 0,000004 г оксида фосфора (V).

[1)] В Российской Федерации — по ТУ 1916-027-27208846-01 «Изделия из стеклоуглерода марки СУ-2000. Технические условия».

4.4 Проведение анализа

4.4.1 При массовой доле оксида кремния до 0,02 % аликвотную часть объемом 50 см^3 сернокислого раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ 23201.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора в колбе доводят до 80 см^3 раствором серной кислоты 0,25 моль/ дм^3, затем при перемешивании добавляют 1 см^3 раствора сурьмяновинно-кислого калия, 10 см^3 раствора молибденовокислого аммония и 5 см^3 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 670 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу оксида фосфора в растворе находят по градуировочному графику.

4.4.2 При массовой доле оксида кремния свыше 0,02 % аликвотную часть объемом 100 см^3 сернокислого раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ 23201.3, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают и растворяют в горячей воде. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Затем раствор фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» в сухую коническую колбу, первые порции фильтрата отбрасывают. 50,0 см^3 фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, объем раствора в колбе доводят до 80 см^3 раствором серной кислоты 0,25 моль/дм^3, и далее поступают согласно 4.4.1.

4.4.3 Для построения градуировочного графика в девять мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая помещают по 50 см^3 раствора-фона, затем добавляют 0; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 см^3 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. Во все колбы доливают до объема 80 см^3 раствор серной кислоты 0,25 моль/дм^3 и далее поступают согласно 4.4.1. Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит раствор, не содержащий стандартного раствора фосфора.

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

При определении массовой доли оксида фосфора в глиноземе выполняют три параллельных определения. Результатом одного параллельного определения считают значение массовой доли оксида фосфора, полученное при разложении одной навески пробы.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю оксида фосфора (V) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V_1}{m V_2} 100, \qquad (1)$$

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

V_1 — объем основного раствора пробы, см^3;

m — масса навески глинозема, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора пробы, см^3.

4.5.2 За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений, расхождения между которыми не должны превышать значений предела повторяемости, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида фосфора, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	Предел повторяемости, r	Предел воспроизводимости, R
От 0,0004 до 0,0010 включ.	0,0004	0,0005
Св. 0,001 » 0,005 »	0,001	0,002
» 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003

5 Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора с применением восстановленного фосфомолибдата

5.1 Назначение и область применения

Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора в глиноземе, преимущественно используемом для производства алюминия, основан на применении восстановленного фосфомолибдата аммония. Настоящий метод применяют для определения фосфора при содержании его в глиноземе, в пересчете на P_2O_5, более 0,0005 %.

5.2 Сущность метода

Приготовление раствора пробы для анализа в соответствии с ГОСТ 23201.3 методом щелочного сплавления и растворения плава в азотной кислоте. Отбор аликвотной части полученного раствора пробы и создание требуемой кислотности, соответствующей pH 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.

5.3 Реактивы

Вода дистиллированная или эквивалентной чистоты.

Карбонат натрия безводный по ГОСТ 5100.

Кислота борная (H_3BO_3) по ГОСТ 9656 или тетраборат натрия безводный ($Na_2B_4O_7$).

2-метил-1-пропанол (изобутиловый спирт) по ГОСТ 9536, ρ = 0,805 г/см^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 моль/дм^3: разбавляют 540 см^3 раствора азотной кислоты, ρ = 1,40 г/ см^3 (68 % массовых), водой до 1000 см^3.

Кислота серная, раствор 5 моль/дм^3: осторожно добавляют небольшими порциями 280 см^3 серной кислоты по ГОСТ 4204, ρ = 1,84 г/ см^3 (96 % массовых), к 500 см^3 воды, охлаждают и после разбавляют водой до 1000 см^3.

Кислота серная, раствор приблизительно 0,5 моль/дм^3: 100 см^3 раствора серной кислоты разбавляют водой до 1000 см^3.

Кислота серная, раствор приблизительно 0,25 моль/дм^3: 250 см^3 раствора серной кислоты разбавляют водой до 500 см^3.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 500 г/дм^3.

Сульфат железа (III), кислый раствор: растворяют 0,5 г нонагидрата сульфата железа (III) [$Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$] по ГОСТ 9485 в 50 см^3 воды, содержащих 2 см^3 раствора хлорной кислоты, ρ = 1,60 г/ см^3 (64,5 % массовых), и разбавляют до 100 см^3.

Примечание — 1 см^3 полученного раствора содержит 0,001 г Fe (III).

Примечание — При отсутствии нонагидрата сульфата железа (III) квалификации ч.д.а. разрешается использовать железоаммонийные квасцы [$FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$]. В этом случае для получения раствора с такой же концентрацией железа (III) навеска железоаммониевых квасцов должна составлять 0,86 г.

Соль сульфата аммония и сульфата железа двойная (II) по ГОСТ 4208, кислый раствор: растворяют 0,5 г двойной соли сульфата аммония и сульфата железа (II) [$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$] в 50 см^3 воды, содержащей 0,5 см^3 раствора хлорной кислоты ρ = 1,60 г/ см^3 (64,5 % массовых), и разбавляют до 100 см^3.

Примечания

1 Раствор готовят непосредственно перед применением.

2 1 см^3 полученного раствора содержит около 0,0007 г Fe (II).

Молибдат аммония по ГОСТ 3765, кислый раствор концентрацией 25 г/дм^3: растворяют 5 г тетрагидрата молибдата аммония [$(NH_4)_6(Mo_7O_{24})_2 \cdot 4H_2O$] в воде при температуре 60 °С. Раствор охлаждают и разбавляют до 100 см^3. Добавляют к раствору 100 см^3 раствора серной кислоты 5 моль/дм^3 и перемешивают.

Примечание — Раствор хранят в пластмассовой бутыли.

Промывной раствор: насыщают при температуре окружающей среды приблизительно 500 см^3 раствора серной кислоты приблизительно 0,25 моль/дм^3 2-метил-1-пропанолом.

Хлорид олова по ГОСТ 36, раствор в соляной кислоте 2,38 г/дм^3: растворяют 1,19 г дигидрата хлорида олова ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) в 85 см^3 раствора соляной кислоты, ρ = 1,19 г/ см^3 (38 % массовых) разбавляют до 500 см^3 и переносят раствор в пластмассовую бутыль.

Примечание — Раствор готовят непосредственно перед применением.

Эталонный раствор фосфора, содержащий 0,400 г оксида фосфора в 1 дм^3: взвешивают с точностью до 0,0001 г 0,7668 г безводного однозамещенного фосфата калия (KH_2PO_4) по ГОСТ 4198, предварительно высушенного над раствором серной кислоты 12 моль/дм^3. Растворяют навеску в воде, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Примечание — 1 см^3 полученного эталонного раствора содержит 0,4 мг оксида фосфора.

Раствор фосфора эталонный, содержащий 0,010 г оксида фосфора в 1 дм^3: помещают 25,0 см^3 эталонного раствора фосфора в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 с одной меткой, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Примечание — 1 см^3 полученного эталонного раствора содержит 0,01 мг оксида фосфора.

Эталонный раствор фосфора, содержащий 0,0010 г оксида фосфора в 1 дм^3: помещают 25,0 см^3 эталонного раствора фосфора в мерную колбу вместимостью 250 см^3 с одной меткой, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Примечание — 1 см^3 полученного эталонного раствора содержит 0,001 мг оксида фосфора.

5.4 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура.
Аппаратура, указанная в ГОСТ 23201.3.
Бюретка с ценой деления 0,05 см^3.
Воронка делительная вместимостью 200 см^3 с притертыми стеклянными пробками.
pH-метр со стеклянным электродом.
Спектрофотометр.

Примечания
1 Лабораторная посуда, включая реактивные склянки, должна быть изготовлена из боросиликатного стекла или стекла, не реагирующего с фосфором.
2 Допускается применять пластмассовую посуду. Лабораторную посуду осторожно промывают раствором соляной кислоты приблизительно 6 моль/дм^3, затем тщательно ополаскивают водой.

5.5 Проведение анализа

5.5.1 Приготовление раствора для испытания (основной раствор)

Применяя обычную лабораторную аппаратуру, готовят 250 см^3 основного раствора.

5.5.2 Контрольный опыт

Одновременно с раствором пробы готовят раствор контрольного опыта в соответствии с ГОСТ 23201.3 по аналогичной методике с применением тех же реактивов, исключая пробу глинозема.

5.5.3 Построение градуировочного графика

5.5.3.1 Отбирают аликвот эталонного раствора оксида фосфора

В шесть делительных воронок последовательно помещают, используя бюретки, объемы эталонного раствора оксида фосфора, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Объем эталонного раствора фосфора, см^3	Соответствующее количество оксида фосфора, мг
0*	0
5,0	0,005
10,0	0,010
15,0	0,015
20,0	0,020
25,0	0,025
Примечание — 0* компенсирующий раствор	

Содержимое каждой делительной воронки разбавляют водой, доводя объем до 60 см^3, затем добавляют 1 см^3 раствора сульфата железа (III), 1 см^3 раствора двойной соли сульфата аммония и сульфата железа и перемешивают.

5.5.3.2 Образование окисленного фосфомолибденового комплекса и экстрагирование восстановленного комплекса

Добавляют в каждую делительную воронку диаметром 3 см^3 раствора 5 моль/дм^3 серной кислоты, затем 7,5 см^3 раствора молибдата аммония, перемешивают и выдерживают 10 мин. Добавляют 25 см^3 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 см^3 промывного раствора, встряхивают в течение 1 мин, сливают водную фазу и отбрасывают ее. Повторяют такую промывку еще раз.

Затем добавляют 30 см^3 раствора 5 моль/дм^3 серной кислоты и 0,5 см^3 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 см^3 с одной меткой. Промывают делительную воронку диаметром 1—2 см^3 2-метил-1-пропанола, после чего переносят его в ту же мерную колбу и разбавляют до метки 2-метил-1-пропанолом. Перемешивают и выдерживают в темном месте не менее 10 мин.

5.5.3.3 Спектрофотометрические измерения

После выдерживания растворов не менее 10 мин, но не более 60 мин, выполняют спектрофотометрические измерения с помощью спектрофотометра после установки прибора на нулевое поглощение по компенсирующему раствору. Измерения проводят при длине волны 730 нм и оптической длине пути 1 см.

5.5.3.4 Построение графика

Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу оксида фосфора, выраженную в миллиграммах на 25 см^3 градуировочного раствора, а по оси ординат — соответствующую величину поглощения.

5.5.4 Определение оксида фосфора в растворе пробы

5.5.4.1 Обработка раствора для испытания

Отбирают объем раствора для испытания, содержащий не менее 0,025 мг фосфора в пересчете на P_2O_5. Доводят pH раствора до 2,0 ± 0,1, добавляя небольшими порциями раствор уксуснокислого аммония и проводя измерения pH-метром. Переносят раствор количественно в одну из делительных воронок.

При необходимости разбавляют раствор водой до объема приблизительно 60 см^3, добавляют 1 см^3 раствора сульфата железа (III), 1 см^3 раствора двойной соли сульфата аммония и сульфата железа (II) и перемешивают.

5.5.4.2 Образование окисленного фосфомолибденового комплекса и экстрагирование восстановленного комплекса проводят в соответствии с 5.5.3.2.

5.5.4.3 Спектрофотометрические измерения

Выполняют спектрофотометрические измерения органических фаз, полученных из раствора для испытания и раствора контрольного опыта, в соответствии с 5.5.3.3.

5.6 Обработка результатов

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

Массовую долю оксида фосфора (P_2O_5) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)D100}{1000m_0} = \frac{(m_1 - m_2)D}{10m_0}, \quad (2)$$

где m_0 — масса навески глинозема, 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 к объему аликвоты этого раствора, взятой для определения.

6 Протокол анализа

Протокол анализа должен содержать следующие данные (более широко представлены в ГОСТ ИСО/МЭК 17025):

- идентификацию анализируемой пробы;
- ссылку на настоящий стандарт и примененный метод;
- результаты анализа и метод их выражения;
- особенности, отмеченные в процессе анализа;
- любые операции, не предусмотренные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными.

УДК 661.63.006.354 МКС 17.060

Ключевые слова: глинозем, оксид фосфора, методы анализа, фотометрический метод

БЗ 5—2019/90

Редактор *Е.А. Моисеева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 23.09.2019. Подписано в печать 02.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru