
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

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»

© Стандартиформ, 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.)

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 растворов¹⁾
- 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 (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

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

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 гетерополиоксидной кислоты, 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-2000¹⁾.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 0,25 и 4 моль/дм³.

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 см³, перемешивают и растворяют при нагревании в 400 см³ воды. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, содержащую 192 см³ раствора серной кислоты 4 моль/дм³. 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 см³ раствора серной кислоты 4 моль/дм³ в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Примечание — 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.

Примечание — 1 см³ 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 см³ серноокислого раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ 23201.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора в колбе доводят до 80 см³ раствором серной кислоты 0,25 моль/дм³, затем при перемешивании добавляют 1 см³ раствора сурьмяновиннокислого калия, 10 см³ раствора молибденовокислого 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 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 см³ серноокислого раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ 23201.3, 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 0,25 моль/дм³, и далее поступают согласно 4.4.1.

4.4.3 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. Во все колбы доливают до объема 80 см³ раствор серной кислоты 0,25 моль/дм³ 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

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

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

V_1 — объем основного раствора пробы, см³;

m — масса навески глинозема, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора пробы, см³.

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

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.

