

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

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 Республика Молдова Российская Федерация Республика Таджикистан Туркменистан | Кыргызстандарт Госдепартамент Молдовастандарт Госстандарт России Таджикгосстандарт 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**ГЛИНОЗЕМ****ГОСТ**

Метод определения оксида фосфора
Alumina. Method for the determination
of phosphorus oxide

25542.5—93**(ИСО 2829—73)**

ОКСТУ 1711

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/дм³.

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.

С. 4 ГОСТ 25542.5—93

Т а б л и ц а 1

| Массовая доля оксида фосфора, % | Допускаемое расхождение, % (абс.) | |
|---------------------------------|-----------------------------------|----------|
| | $d_{сх}$ | $d_{вс}$ |
| 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 |

**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 ($Na_2 B_4O_7$).

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) [Fe₂(SO₄)₃·9H₂O] 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 [FeNH₄(SO₄)₂·12H₂O].

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(NH₄)₂(SO₄)₂·6H₂O] 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 [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O] 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 бутылке.

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 (SnCl₂·2H₂O) в 85 см³ раствора соляной кислоты, ρ 1,19 г/см³ (38 %-ный раствор) разбавляют до 500 см³ и переносят раствор в пластмассовую бутылку.

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 (KH₂PO₄), 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. рН-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, см ³ | Соответствующий объем оксида фосфора, см ³ |
|--|---|
| 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 1 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 добавляют 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 Р₂О₅, 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 рН до 2±0,1, добавляя небольшими порциями раствор уксуснокислого аммония и проверяя рН-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 (Р₂О₅) 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 P 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 ДОКУМЕН-
ТЫ

| 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.-отг. 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. Заж. 1436
ПЛР № 040138