

**ГОСТ 25542.5—93**  
**(ИСО 2829—73)**

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

**ГЛИНОЗЕМ**  
**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ФОСФОРА**

**Издание официальное**



**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  
**Минск**

93 1—93

## 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

II

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ****ГЛИНОЗЕМ**

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

**ГОСТ****25542.5—93****(ИСО 2829—73)**

ОКСТУ 4716

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 гетерополиокислоты, 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<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> воды. Раствор охлаждают, переносят в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, содержащий 48 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 8 моль/дм<sup>3</sup>. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 8 моль/дм<sup>3</sup> в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, раствор доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г оксида фосфора (V).

Раствор Б: 20,0 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> серно-кислого раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объем раствора в колбе доводят до 80 см<sup>3</sup> раствором серной кислоты 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, затем при перемешивании добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора сурьмяновинно-кислого калия, 10 см<sup>3</sup> раствора молибденово-кислого аммония и 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> серно-кислого раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, объем раствора в колбе доводят до 80 см<sup>3</sup> раствором серной кислоты 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, и далее поступают согласно п. 3.1.

3.3. Для построения градуировочного графика в девять мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая помещают по 50 см<sup>3</sup> раствора-фона, затем добавляют 0; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствором серной кислоты 0,5 моль/дм<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески глинозема, г;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

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

Т а б л и ц а 1

Массовая доля оксида фосфора, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	$d_{сх}$	$d_{ис}$
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 ( $Na_2 B_4O_7$ ).

4.3. 2-метил-1-пропанол (изобутиловый спирт),  $\rho$  0,805 г/см<sup>3</sup>.

4.4. Азотная кислота, раствор 8 моль/дм<sup>3</sup>.

Разбавляют 540 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты,  $\rho$  1,40 г/см<sup>3</sup> (68 %-ный раствор), водой до 1000 см<sup>3</sup>.

4.5. Серная кислота, раствор 1 моль/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: осторожно добавляют небольшими порциями 280 см<sup>3</sup> серной кислоты,  $\rho$  1,84 г/см<sup>3</sup> (96 %-ный раствор), к 500 см<sup>3</sup> воды и после охлаждения разбавляют до 1000 см<sup>3</sup>.

4.6. Серная кислота, приблизительно раствор 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Берут 400 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (п. 4.5) и разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup>.

4.7. Серная кислота, приблизительно раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup>. Берут 250 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (п. 4.6) и разбавляют водой до 500 см<sup>3</sup>.

4.8. Уксуснокислый аммоний, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

4.9. Сульфат железа (III), кислый раствор: растворяют 0,5 г моногидрата сульфата железа (III)  $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$  в 50 см<sup>3</sup> воды, содержащих 2 см<sup>3</sup> раствора хлорной кислоты,  $\rho$  1,60 г/см<sup>3</sup> (64,5 %-ный раствор), и разбавляют до 100 см<sup>3</sup>.

1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,001 г Fe(III).

Примечание. При отсутствии моногидрата сульфата железа (III) квалификации ч.д.а. могут применяться железозаммониевые квасцы. В этом случае для получения раствора с такой же концентрацией железа (III) растворяют вместо 0,5 г моногидрата сульфата железа (III) 0,86 г железозаммониевых квасцов  $[\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ .

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)  $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  в 50 см<sup>3</sup> воды, содержащей 0,5 см<sup>3</sup> раствора хлорной кислоты,  $\rho$  1,60 г/см<sup>3</sup> (64,5 %-ный раствор) и разбавляют до 100 см<sup>3</sup>.

1 см<sup>3</sup> 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 дм<sup>3</sup>. Растворяют 5 г тетрагидрата молибдата аммония  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  в воде при 60 °С. Охлаждают и разбавляют до 100 см<sup>3</sup>. Добавляют к раствору 100 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (п. 4.5) и перемешивают.

Хранят раствор в пластмассовой бутылке.

4.12. Промывной раствор

Насыщают при температуре окружающей среды приблизительно 500 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (п. 4.7) 2-метил-1-пропанолом.

4.13. Хлорид олова, раствор в соляной кислоте 2,38 г/дм<sup>3</sup>: растворяют 1,19 г дигидрата хлорида олова  $(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$  в 85 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты,  $\rho$  1,19 г/см<sup>3</sup> (38 %-ный раствор) разбавляют до 500 см<sup>3</sup> и переносят раствор в пластмассовую бутылку.

Готовят раствор непосредственно перед применением.

4.14. Эталонный раствор фосфора, соответствующий 0,400 г оксида фосфора на 1 дм<sup>3</sup>

Взвешивают с точностью до 0,0001 г 0,7668 безводного однозамещенного фосфата калия  $(\text{KH}_2\text{PO}_4)$ , предварительно высушенного над 12 моль/дм<sup>3</sup> серной кислотой. Растворяют в воде, переносят с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> полученного эталонного раствора содержит 0,4 мг оксида фосфора.

4.15. Эталонный раствор фосфора, соответствующий 0,010 г оксида фосфора на 1 дм<sup>3</sup>.

Помещают 25,0 см<sup>3</sup> эталонного раствора фосфора (п. 4.15) в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> полученного эталонного раствора содержит 0,01 мг оксида фосфора.

4.16. Эталонный раствор фосфора, соответствующий 0,0010 г оксида фосфора на 1 дм<sup>3</sup>.

Помещают 25,0 см<sup>3</sup> эталонного раствора фосфора (п. 4.15) в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>.

5.3. Делительная воронка вместимостью 200 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>	Соответствующий объем оксида фосфора, см <sup>3</sup>
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 см<sup>3</sup>, затем добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора сульфата железа (III), 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (п. 4.6), затем 7,5 см<sup>3</sup> раствора молибдата аммония, перемешивают и выдерживают 10 мин. Добавляют 25 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> промывного раствора, встряхивают в течение 1 мин, сливают водную фазу и отбрасывают ее. Повторяют такую промывку еще раз.

Затем добавляют 30 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (п. 4.6) и 0,5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> с одной меткой. Промывают делительную воронку 1—2 см<sup>3</sup> 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 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, выраженную в мг, в 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора сульфата железа (III), 1 см<sup>3</sup> 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<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) в процентах вычисляют по формуле

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

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 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. Зап. 1436  
 ПЛР № 040138