



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22661.10—2008

## 氟硼酸钾化学分析方法 第 10 部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of potassium fluoborate—  
Part 10: Determination of phosphorus pentoxide content—  
Molybdenum blue photometric method

2008-12-29 发布

2009-11-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 22661《氟硼酸钾化学分析方法》共分为 10 部分：

- 第 1 部分：试样的制备和贮存；
- 第 2 部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第 3 部分：氟硼酸钾含量的测定 氢氧化钠容量法；
- 第 4 部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：游离硼酸含量的测定 氢氧化钠容量法；
- 第 9 部分：氯含量的测定 硝酸汞容量法；
- 第 10 部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为 GB/T 22661 的第 10 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：湖南有色氟化学有限责任公司。

本部分参加起草单位：多氟多化工股份有限公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院、衡阳市邦友化工科技有限公司。

本部分主要起草人：黎志坚、朱亮、廖志辉、王建萍、陈以春、王慧、冯敬东、刘志鸿、黄尤菊、刘敏。

www.docin.com

# 氟硼酸钾化学分析方法

## 第 10 部分：五氧化二磷含量的测定

### 钼蓝分光光度法

#### 1 范围

GB/T 22661 的本部分规定了氟硼酸钾中五氧化二磷含量的测定方法。

本部分适用于氟硼酸钾中五氧化二磷含量的测定。测定范围： $\leq 0.050\%$ 。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 22661 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 22661.1—2008 氟硼酸钾化学分析方法 第 1 部分：试样的制备和贮存

#### 3 方法原理

试料用碳酸钠和硼酸混合溶剂熔融，以盐酸酸化，在  $\text{pH} \leq 0.3$  时加入钼酸铵，使磷形成磷钼杂多酸，经还原成磷钼蓝后，于分光光度计波长  $800 \text{ nm}$  处测量其吸光度。

#### 4 试剂

4.1 无水碳酸钠。

4.2 硼酸。

4.3 盐酸： $3 \text{ mol/L}$ 。

4.4 盐酸： $6 \text{ mol/L}$ 。

4.5 抗坏血酸溶液： $25 \text{ g/L}$ 。

4.6 钼酸铵： $100 \text{ g/L}$ 。

4.7 五氧化二磷标准贮存溶液：

称取  $0.1917 \text{ g}$  磷酸二氢钾（基准试剂，于  $110 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  烘干  $2 \text{ h}$ ，干燥器中冷却），用水溶解后，移入  $1000 \text{ mL}$  容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液  $1 \text{ mL}$  含  $0.100 \text{ mg P}_2\text{O}_5$ 。

4.8 五氧化二磷标准溶液：

移取  $10.00 \text{ mL}$  磷标准贮存溶液（4.7）置于  $100 \text{ mL}$  容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液  $1 \text{ mL}$  含  $0.010 \text{ mg P}_2\text{O}_5$ 。该溶液使用前现配制。

#### 5 仪器及设备

5.1 铂皿：平底，直径  $70 \text{ mm}$ ，高  $35 \text{ mm}$ ，带铂盖。

5.2 电炉。

5.3 高温炉：能控制温度在  $850 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.4 分光光度计。

6 试样

试样应符合 GB/T 22661.1—2008 中 3.3 的要求。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.5 g 试样(6),精确至 0.000 1 g。

7.2 测定次数

独立的进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料(7.1)置于铂皿(5.1)中,加入 2.5 g 无水碳酸钠(4.1)和 0.5 g 硼酸(4.2),用铂勺小心地混合均匀,于电炉(5.2)上烤干水分后,转移到 850 °C 高温炉(5.3)中熔样 20 min,取出,冷却至室温,加入 30 mL 盐酸(4.3),待剧烈反应后放铂皿到电炉(5.2)上加热到溶液清亮,取下,冷却到室温,将皿内溶液洗入 100 mL 容量瓶中,洗净器皿,加 8.0 mL 盐酸(4.4),加 5.0 mL 抗坏血酸(4.5),加水至 80 mL 左右,加 3.5 mL 钼酸铵(4.6),在沸水浴中发色 4 min,冷却,稀释至刻度,摇匀。

7.4.2 将部分溶液(7.4.1)移入 2 cm 吸收池中,于分光光度计上波长 800 nm 处,以纯水作参比测定其吸光度,测得吸光度减空白值并查对工作曲线计算结果,记为  $m_1$ 。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 移取 0 mL, 2.00 mL, 4.00 mL, 6.00 mL, 8.00 mL, 10.00 mL 五氧化二磷标准溶液(4.8),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加 30 mL 盐酸(4.3),加 5.0 mL 抗坏血酸(4.5),以下按分析步骤 7.4.1 进行。

7.5.2 将部分溶液(7.5.1)移入 5 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 800 nm 处测量其吸光度,减去试剂空白溶液吸光度后,以五氧化二磷含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的计算

按公式(1)计算五氧化二磷的质量分数(%):

$$w(P_2O_5) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的五氧化二磷的量,单位为克(g);

$m$ ——分取试料的质量,单位为克(g)。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得。

五氧化二磷量的质量分数/%:	0.001 4	0.003 9	0.007 1
重复性限 $r$ /%:	0.000 8	0.001 4	0.002 5

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 1 所列允许差。

表 1

五氧化二磷量的质量分数/%	允许差/%
$\leq 0.010$	0.005
$> 0.010 \sim 0.050$	0.008

#### 10 质量保证与控制

应用标准样品,至少半年校核一次本部分的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

www.docin.com

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT

专业光度计系列生产厂家

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-6868

中华人民共和国

国家标准

氟硼酸钾化学分析方法

第10部分:五氧化二磷含量的测定

钼蓝分光光度法

GB/T 22661.10—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字

2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*

书号:155066·1-35909 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 22661.10-2008