

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 581.9—2006

氟化铝化学分析方法和物理性能 测定方法 第9部分 钼蓝分光光度法 测定五氧化二磷含量

Determination of chemical contents and physical properties of
aluminium fluoride Part 9: Determination of phosphorus content
by molybdophosphoric blue photometric method

2006-03-07 发布

2006-08-01 实施

前 言

YS/T 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 15 部分：

- 第 1 部分 重量法测定湿存水含量
- 第 2 部分 烧减量的测定
- 第 3 部分 蒸馏-硝酸钍容量法测定氟含量
- 第 4 部分 EDTA 容量法测定铝含量
- 第 5 部分 火焰原子吸收光谱法测定钠含量
- 第 6 部分 钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量
- 第 7 部分 邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁含量
- 第 8 部分 硫酸钡重量法测定硫酸根含量
- 第 9 部分 钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量
- 第 10 部分 X 射线荧光光谱分析法测定硫含量
- 第 11 部分 试样的制备和贮存
- 第 12 部分 粒度分布的测定 筛分法
- 第 13 部分 安息角的测定
- 第 14 部分 松装密度的测定
- 第 15 部分 游离氧化铝含量的测定

本部分为第 9 部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝厂、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝厂起草。

本部分主要起草人：张莉莉、张颖。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

氟化铝化学分析方法和物理性能

测定方法 第9部分 钼蓝分光光度法

测定五氧化二磷含量

1 范围

本部分规定了氟化铝中五氧化二磷含量的测定方法。

本部分适用于氟化铝中五氧化二磷含量的测定。测定范围：0.002%~0.050%。

2 方法原理

试剂用碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融，以硝酸酸化。用氢氧化钠调节酸度，在 pH0.3 或 0.3 以下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 662 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠。

3.2 硼酸。

3.3 硝酸溶液：移取 540 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL)置于 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.4 钼酸铵酸性溶液(25 g/L)：称取 25 g 四水合钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，用 200 mL 热水溶解。冷却后，用 5 mol/L 的硫酸稀释到 1 L。此溶液储存于聚乙烯瓶中。

3.5 抗坏血酸溶液(20 g/L)。

3.6 氢氧化钠溶液(500 g/L)。

3.7 五氧化二磷标准贮存溶液：称取 0.194 4 g 一水合磷酸二氢钠 $[\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ ，用水溶解后移入 1 L 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.100 mg 五氧化二磷。

3.8 五氧化二磷标准溶液：移取 50.00 mL 磷标准贮存溶液(3.7)置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.010 mg 五氧化二磷。

3.9 酚酞乙醇溶液：(10 g/L)。

4 仪器及设备

4.1 铂皿及皿盖：直径 70 mm，高 35 mm。

4.2 高温炉：能控制温度在 $800^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ 。

5 试样

应符合 YS/T 581.11 中 3.3 的要求。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 2 g 试样(5)，精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立的进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于铂皿(4.1)中,加入 12 g 无水碳酸钠(3.1)和 4 g 硼酸(3.2),用铂勺小心地混合均匀。盖上铂盖,将铂皿置于 800℃±20℃ 的高温炉(4.2)中熔融 15 min。放置冷却,然后分次加入 40 mL 硝酸溶液(3.3),在近沸的情况下加热几分钟使盐类溶解,冷却后将溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 分取 50 mL 试液(6.4.1),置于 100 mL 容量瓶中,加入 3 滴酚酞乙醇溶液(3.9),滴加氢氧化钠溶液(3.6)至试液显微红色,加入 10 mL 钼酸铵酸性溶液(3.4),用水稀释至 80 mL(此时溶液的 pH 值应≤0.3)混匀,加入 2 mL 抗坏血酸溶液(3.5),稀释至刻度,混匀。置于暗处放置 30 min。

6.4.3 将部分溶液(6.4.2)移入 5 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 662 nm 处测量其吸光度。将所测吸光度减去随同试样的空白试验溶液吸光度后,从工作曲线上查出相应的五氧化二磷量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 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(3.8),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,以下按分析步骤 6.4.3 进行。

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)移入 5 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 662 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。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算五氧化二磷的质量分数:

$$w(P_2O_5) = \frac{m_1 \cdot V_0}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的五氧化二磷量,单位为克(g);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两次测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)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(%)	0.002 5	0.009 5	0.025
重复性限 r (%)	0.000 8	0.000 8	0.004

8.2 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/%
0.002~0.010	0.001
>0.010~0.050	0.005

9 质量保证与控制

应用国家标准样品或行业级标准样品,每月或每二月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
MACY
MACY INSTRUMENTS
业光度计系列生产厂
://www.macylab.com TEL:400-616-