

中华人民共和国

国家标准

氧化锆、氧化钪中磷量的测定
(锑盐—抗坏血酸钼蓝吸光光度法)

GB 2590.7—81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

试样以氢氟酸于高压溶样装置中溶解，加入硼酸，在0.4N硫酸酸性溶液中，磷与钼酸铵、锑盐、抗坏血酸形成钼蓝，于波长700nm处，测其吸光度。

锆基体略使结果偏低，为消除影响，须以等量锆作基底，制备工作曲线。钪基体无干扰。

在硫代硫酸钠和氟硼酸掩蔽下，待测溶液中分别含1毫克铝、锡、钒、铀，2毫克钛、钽、砷、锗、铬，4毫克硅和17毫克铁，不干扰测定。

测定范围：0.005~0.8%。

2. 试剂与仪器

硼酸：优级纯。

氢氟酸（比重1.15）：优级纯。

氢氧化铵（1+1）。

混合掩蔽剂：将0.8%硫代硫酸钠溶液和8%亚硫酸氢钠溶液等体积混合。

混合显色剂：

(A) 硫酸（5.4N）：优级纯。

(B) 抗坏血酸溶液（3%）：用时现配。

(C) 钼酸铵溶液（5%）：优级纯。

(D) 酒石酸锑钾溶液：称取0.2743克酒石酸锑钾 $[K_2SbOC_4H_4O_6]$ 溶于水中，并稀释至100毫升，混匀。此溶液每毫升含1毫克锑。

取50毫升(A)溶液、20毫升(B)溶液、15毫升(C)溶液、6毫升(D)溶液混合，用水稀释至100毫升混匀（用时现配）。

氧化锆基底溶液：称取6份0.1000或0.2000克不含磷或含低量磷的氧化锆，分别置于高压溶样装置的聚四氟乙烯坩埚中，各加入1或2毫升氢氟酸（比重1.15），按溶样手续操作，用水并入120毫升聚乙烯瓶中，并稀释至60或120毫升，混匀。

磷标准溶液：

(甲) 称取0.4264克磷酸氢二铵 $[(NH_4)_2HPO_4]$ 溶于水中，用水移入1000毫升容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含100微克磷。

(乙) 移取25.00毫升溶液(甲)，置于250毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含10微克磷。

高压溶样装置（原则上使用如下图所示的装置）。

国家标准总局 发布
中华人民共和国冶金工业部 提出

1982年3月1日 实施
冶金工业部有色金属研究总院 起草

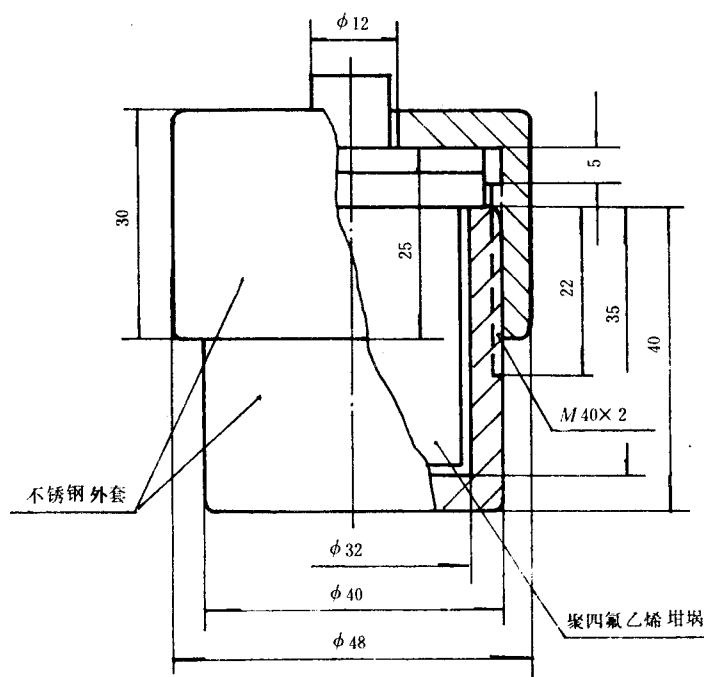


图 1 高压溶样装置

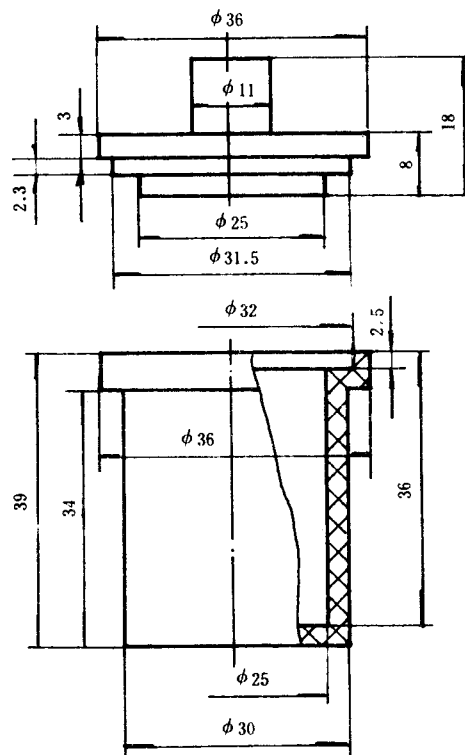


图 2 聚四氟乙烯坩埚

3. 分析步骤

称取0.1000或0.2000克试样（随同试样做试剂空白），置于高压溶样装置的聚四氟乙烯坩埚中，加入1或2毫升氢氟酸（比重1.15），盖上坩埚盖，旋紧高压套，在 $140 \pm 10^\circ\text{C}$ 保温50分钟，至试样完全溶解。冷却后，将坩埚中的试样溶液用水移入120毫升聚乙烯瓶中，使体积保持约40毫升。加入1或2克硼酸^①，于沸水浴中加热溶解。稍冷，用氢氧化铵（1+1）中和至pH 2~3，用水移入100毫升容量瓶中^②，体积控制在60~70毫升，加入10毫升混合掩蔽剂^③，摇匀。于25~35℃加入15毫升混合显色剂，立即用水稀释至刻度，摇匀^④。放置20分钟后，移入1~3厘米液槽中^⑤，以水作参比，在分光光度计上，于波长700nm处，测其吸光度。减去试剂空白的吸光度，从工作曲线上查出相应的磷量。

工作曲线的绘制：

氧化锆：移取0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、6.00、8.00、10.00毫升磷标准溶液（乙），分别置于一组120毫升聚乙烯瓶中，各加入与取样量相同的氧化锆基底溶液和硼酸，加水至约40毫升，加热溶解硼酸。用氢氧化铵（1+1）中和至pH 2~3，用水移入100毫升容量瓶中，并稀释至约60毫升，以下按分析步骤操作，测其吸光度。减去不加磷标准溶液的显色液的吸光度，绘制工作曲线。

氧化铅：移取0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00毫升磷标准溶液（乙），分别置于一组100毫升容量瓶中，用水稀释至约60毫升，以下按分析步骤操作，测其吸光度。减去不加磷标准溶液的显色液的吸光度，绘制工作曲线。

磷的百分含量按下式计算：

$$P(\%) = \frac{r \times 10^{-6}}{W \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中： r ——自工作曲线上查得的磷量（微克）；

V ——试液总体积（毫升）；

V_1 ——分取试液体积（毫升）；

W ——称样量（克）。

4. 允许差

磷含量（%）	允许差（%）
0.005~0.010	0.001
>0.010~0.050	0.005
>0.050~0.100	0.010
>0.100~0.400	0.025
>0.400~0.800	0.040

注：① 氧化铅试样中磷含量高时，加入 2 或 3 毫升氢氟酸（比重 1.15）。若加入 3 毫升氢氟酸时，则加入 3 克硼酸。

② 若磷含量大于 0.08%，则稀释至刻度，摇匀，分取部分溶液显色。

③ 铁量高时于沸水浴中加热片刻，使黄色退去。

④ 室温低于 25℃ 时，应用热水适当加温。

⑤ 磷含量小于 0.04% 时，用 3 厘米液槽。