

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.7—2008
代替 YS/T 568.7—2006

氧化锆、氧化铪化学分析方法 磷含量的测定 铋盐-抗坏血酸-钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide
-Determination of phosphorus content

-The antimony-ascorbic acid-molybdenum blue spectrophotometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 568《氧化锆、氧化钪化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分 氧化锆和氧化钪量的测定 苦杏仁酸重量法
- 第 2 部分 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 3 部分 硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第 4 部分 铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法
- 第 5 部分 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 6 部分 钛量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法
- 第 7 部分 磷量的测定 钼盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法
- 第 8 部分 氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 9 部分 氧化钪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 10 部分 锰量的测定 高碘酸钾分光光度法
- 第 11 部分 镍量的测定 α -联吡啶甲酰二肼分光光度法

本部分为第 7 部分。

本部分代替 YS/T 568.7-2006《氧化锆、氧化钪中磷量的测定》(原 GB/T 2590.7-1981)

本部分与 YS/T 568.7-2006 相比主要变化如下：

- 增加了“7.1 重复性”条款。
- 增加了“8 质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分主要起草人：童坚、张卓、范瑛、汪丽定

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2590.7-1981、YS/T 568.7-2006

氧化锆、氧化钪化学分析方法

磷含量的测定

铈盐-抗坏血酸-钼蓝光度法

1 范围

本部分规定了氧化锆及氧化钪中磷含量的测定方法。

本部分适用于氧化锆及氧化钪中磷含量的测定。测定范围：0.005%~0.8%。

2 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 0.2mol/L 硫酸酸性溶液中，磷与钼酸铵、铈盐、抗坏血酸形成钼蓝，于分光光度计波长 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 1mg 铝、锡、钒、铀，2mg 钛、钽、砷、锗、铬，4mg 硅和 17mg 铁，不干扰测定。

3 试剂

3.1 硼酸，优级纯。

3.2 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)，优级纯。

3.3 氨水(1+1)，优级纯。

3.4 混合掩蔽剂：8g/L 硫代硫酸钠溶液和 80g/L 亚硫酸氢钠溶液等体积混合。

3.5 混合显色剂：

(A) 硫酸(2.7mol/L)，优级纯。

(B) 抗坏血酸溶液(30g/L)，用时现配。

(C) 钼酸铵溶液(50g/L)，优级纯。

(D) 酒石酸铈钾溶液：称取 0.2743g 酒石酸铈钾[K₂SbOC₄H₄O₆]溶于水，并稀释至 100mL，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 铈。

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

3.6 磷标准贮存溶液：称取 0.4264g 磷酸氢二铵[(NH₄)₂HPO₄]溶于水，用水移入 1000mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100μg 磷。

3.7 磷标准溶液：移取 25.00mL 磷标准贮存溶液(3.6)，置于 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 10μg 磷。

4 仪器

分光光度计

高压溶样装置

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.10 或 0.20g 试样，精确至 0.0001g。

5.2 测定次数

独立的进行两次测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料置于高压溶样装置的聚四氟乙烯坩埚中，加入 1 或 2mL 氢氟酸(3.2)，盖上坩埚盖，旋紧高压套，在 140℃保温 50min，至试料完全溶解。冷却后，将坩埚中的试料溶液用水移入 120mL 聚乙烯瓶中，使体积保持约 40mL。

5.4.2 加入 1g 或 2g 硼酸(3.1)^①，于沸水浴中加热溶解。稍冷，用氨水(3.3)中和至 pH 2~3，用水移入 100mL 容量瓶中^②，体积控制在 60~70mL。加入 10mL 混合掩蔽剂(3.4)^③，摇匀。于 25℃~35℃加入 15mL 混合显色剂(3.5)，立即用水稀释至刻度，摇匀^④。放置 20min。

5.4.3 将试液移入 1~3cm 吸收皿中^⑤，以水作参比，在分光光度计上，于波长 700nm 处，测其吸光度。减去随同试料空白试验的吸光度，从工作曲线上查出相应的磷量。

5.5 工作曲线的绘制：

氧化锆：称取 6 份 0.10g 或 0.20g 不含磷或含低量磷的氧化锆，按分析步骤 5.4.1 操作。分别加入 0.、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 磷标准溶液(3.7)，以下按分析步骤 5.4.2 操作，将试液移入 1~3cm 吸收皿中^⑤，以试剂空白作参比，在分光光度计上，于波长 700nm 处，测其吸光度。绘制工作曲线。

氧化钪：移取 0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 磷标准溶液(3.7)，分别置于一组 100mL 容量瓶中，用水稀释至约 60mL，以下按分析步骤 5.4.2 操作，将试液移入 1~3cm 吸收皿中^⑤，以试剂空白作参比，在分光光度计上，于波长 700nm 处，测其吸光度。绘制工作曲线。

注：①氧化钪试样中磷含量高时，加入 2 或 3mL 氢氟酸(3.2)。若加入 3mL 氢氟酸时，则加入 3g 硼酸(3.1)。

②若磷质量分数大于 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磷质量分数小于 0.04%时，用 3cm 吸收皿。

6 分析结果的计算

按式(1)计算磷的质量分数(%)：

$$w(P) = \frac{m_1 \times 10^{-6} \times V}{m_0 \cdot V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的磷量， μg ；

V ——试液总体积，mL；

V_1 ——分取试液体积，mL；

m_0 ——试料的质量，g。

7 精密度

7.1 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)按表 1 数据采用线性内插法求得。

表 1

	磷质量分数 $w / \%$	重复性限 $r / \%$
氧化锆	0.0045	0.0002
	0.0096	0.0006
	0.0527	0.001
	0.514	0.008
氧化铅	0.0049	0.0006
	0.0487	0.001
	0.780	0.011
注：重复性限（ r ）为 $2.8 \times S_r$ ， S_r 为重复性标准差。		

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

磷质量分数 $w / \%$	允许差 $\Delta / \%$
0.0050~0.0100	0.0015
>0.010 ~ 0.050	0.005
>0.050 ~ 0.100	0.010
>0.100~0.400	0.025
>0.400~0.800	0.040

8 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品，每六个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。