

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 17 部分。

本标准对 GB/T 6609.17—1986《氧化铝化学分析方法 钼蓝光度法测定五氧化二磷量》进行了如下修订:

- 修改了五氧化二磷标准溶液的配制浓度。
 - 修改了熔样所用碳酸钠和硼酸的量。
 - 修改了工作曲线中五氧化二磷标准溶液的加入量。
 - 测定范围由原来的 0.000 3%~0.003%修改为 0.000 2%~0.003 0%,并相应修改了允许差。
- 本标准非等效采用 ISO 2829:1973《主要用于铝生产的氧化铝 磷含量的测定 钼蓝光度法》。
- 本标准自实施之日起代替 GB/T 6609.17—1986。
- 本标准由中国有色金属工业协会提出。
- 本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。
- 本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。
- 本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。
- 本标准主要起草人:路培乾、冯敬东、马文民、郭永恒、孙浩然。
- 本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。
- 本标准所代替标准的历次版本发布情况为:
- GB/T 6609.17—1986。

氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法

钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中五氧化二磷含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中五氧化二磷含量的测定。测定范围：0.000 2%~0.003 0%。

2 方法原理

试料用碳酸钠—硼酸熔融，将熔融物用稀硝酸浸取后，调节溶液 pH 为 2，在硫酸介质中，加入钼酸铵，生成钼钒黄络合物，用异丁醇萃取，有机相用氯化亚锡还原为磷钼蓝，于分光光度计波长 730 nm 处测量其吸光度。

钒的干扰用硫酸亚铁铵消除。

3 试剂

- 3.1 无水碳酸钠：优级纯。
- 3.2 硼酸：优级纯。
- 3.3 2-甲基-1-丙醇(异丁醇)(ρ 0.802 g/mL)。
- 3.4 乙酸铵溶液(500 g/L)：必要时过滤。
- 3.5 硫酸铁溶液：称取 0.5 g 硫酸铁 $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 或 0.86 g 硫酸铁铵 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶于已加有 2 mL 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)的 50 mL 水中，用水稀释至 100 mL，混匀。此溶液 1 mL 约含 1 mg 铁。
- 3.6 硫酸亚铁铵溶液：称取 0.5 g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于已加有 0.5 mL 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)的 50 mL 水中，用水稀释至 100 mL，混匀。此溶液 1 mL 约含 0.7 mg 铁。用时配制。
- 3.7 钼酸铵溶液(25 g/L)：称取 5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 60℃ 左右的热水中，冷却后用水稀释至 150 mL 左右，边搅拌边加入 28 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)，冷却后用水稀释至 200 mL，混匀。将此溶液贮存于聚乙烯瓶中。
- 3.8 氯化亚锡溶液(2.38 g/L)：称取 0.238 g 氯化亚锡 $[\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 17 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)中，用水稀释至 100 mL，混匀。将此溶液贮存于聚乙烯瓶中，用时配制。
- 3.9 硝酸(8 mol/L)。
- 3.10 硫酸(0.5 mol/L)。
- 3.11 硫酸(0.25 mol/L)。
- 3.12 硫酸洗涤液：用异丁醇使硫酸(3.11)饱和。
- 3.13 五氧化二磷标准贮存溶液：称取 0.958 8 g 基准磷酸二氢钾(预先在 105℃ 干燥 2 h 后，置于干燥器中冷却至室温)溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 五氧化二磷。
- 3.14 五氧化二磷标准溶液：移取 25.00 mL 五氧化二磷标准贮存溶液(3.13)于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 五氧化二磷。
- 3.15 五氧化二磷标准溶液：移取 25.00 mL 五氧化二磷标准溶液(3.14)于 250 mL 容量瓶中，用水稀

稀至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.005 mg 五氧化二磷,用时配制。

4 仪器、装置及器具

- 4.1 pH 计。
- 4.2 铂坩埚:30 mL~50 mL,带盖。
- 4.3 玻璃分液漏斗:200 mL。
- 4.4 干燥器:用新活性氧化铝作干燥剂。
- 4.5 分光光度计。

5 试样

- 5.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。
- 5.2 试样预先在 300℃±10℃ 烘干 2 h,置于干燥器(4.4)中,冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 1.000 0 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料(6.1)作试剂空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于铂坩埚中,加入 3 g 碳酸钠(3.1)和 1.5 g 硼酸(3.2),用铂勺混匀,盖上坩埚盖,放入约 700℃ 高温炉中,缓慢升温至 1 000℃±20℃,熔融 20 min。随同试剂空白直接放入 1 000℃ 炉中熔融 3 min,取出冷却。

6.4.2 将坩埚放在电热板低温处,加热水浸取熔块至完全溶解,将溶液移入已加有 15 mL 硝酸(3.9)(随同试剂空白则为 7.7 mL)的聚四氟乙烯烧杯中,迅速搅拌使沉淀溶解,用 2.5 mL 硝酸(3.9)和热水洗净坩埚及盖,洗涤液并入烧杯中,加热溶解盐类后,煮沸 2 min,取下冷却至室温,在 pH 计上用乙酸铵溶液(3.4)调至溶液 pH 为 2±0.1,将溶液移入 200 mL 分液漏斗中,控制溶液的体积约为 60 mL。

6.4.3 加入 1 mL 硫酸铁溶液(3.5)和 1 mL 硫酸亚铁铵溶液(3.6),混匀。再加入 3 mL 硫酸溶液(3.10),混匀。加入 7.5 mL 钼酸铵溶液(3.7),混匀。放置 10 min 后,加入 25 mL 异丁醇(3.3),剧烈振荡 1 min,静置分层后,弃去水相。有机相用 30 mL 硫酸洗涤液(3.12)萃取,振荡 1 min,静置分层后,弃去水相,再重复萃取一次。

6.4.4 向有机相中加入 30 mL 硫酸(3.10)和 1 mL 氯化亚锡溶液(3.8),剧烈振荡 30 s,静置分层后,弃去水相。用干燥滤纸将漏斗颈擦干,将有机相放入干燥的 25 mL 容量瓶中,用 1 mL~2 mL 异丁醇(3.3)洗净分液漏斗,洗涤液并入容量瓶中,用异丁醇(3.3)稀释至刻度,混匀,放置 10 min。

6.4.5 将部分溶液移入 2 cm 吸收池中,以异丁醇(3.3)为参比,于分光光度计波长 730 nm 处测量其吸光度,将测得的吸光度减去空白试验溶液的吸光度,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

移取 0.0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL 五氧化二磷标准溶液(3.15),分别置于一组 200 mL 分液漏斗中,加水使体积约为 60 mL,混匀。以下按 6.4.3~6.4.4 进行,将部分系列标准溶液移入 2 cm 吸收池中,以异丁醇(3.3)为参比,于分光光度计波长 730 nm 处测量其吸光度。将测得的吸光度减去试剂空白溶液的吸光度后,以五氧化二磷为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算五氧化二磷含量 $w(\text{P}_2\text{O}_5)$ (%) :

$$w(\text{P}_2\text{O}_5) = \frac{m_1}{m_0 \times 10^3} \times 100$$

式中:

m_1 ——在工作曲线上查得的五氧化二磷量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

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)情况不超过5%,重复性限(r)按以下数据采用线性内差法求得:

$w(\text{P}_2\text{O}_5)$ (%)	0.000 34	0.000 89	0.003 1
重复性限 r (%)	0.000 05	0.000 17	0.000 5

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1

%

$w(\text{P}_2\text{O}_5)$	允许差
0.000 2~0.000 6	0.000 1
>0.000 6~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.002 0	0.000 4
>0.002 0~0.003 0	0.000 7

9 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制标样进行校核或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。