CCS

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第9部分：五氧化二磷含量的测定

钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods and physical properties of aluminum fluoride-

Part 9: Determination of phosphorus pentoxide content-

molybdenum blue photometric method

（预审稿）

 YS/T 581.9-202X

代替YS/T 581.9-2006

代替YS/T 581.6-2006

代替YS/T 581.6-2006

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

**ICS 71.100.10**

**H 30**

（在提交反馈意见时，请将你知道的相关专利连同支持性文件一并附上）

202X－XX－XX 发布 202X－XX－XX实施

**中华人民共和国工业和信息化部** 发

1. 前 言
2. 本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。
3. 本文件是YS/T 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》的第9部分。YS/T 581已经发布了以下部分：

——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 氟含量的测定

——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

——第8部分 硫酸钡重量法测定硫酸根含量

——第9部分 五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法测定

——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

——第16部分 X射线荧光光谱分析法测定元素含量

——第17部分 流动性的测定

——第18部分 X射线荧光光谱分析（压片）法测定元素含量

本文件代替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》，与YS/T 581.9-2006相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 修改了称样量和熔剂加入量；（见8.1、8.4.1，2006年版的6.1、6.4.1）；

1. b) 修改了熔样温度和时间（见8.4.1，2006年版本的6.4.1）；
2. c) 修改了样品显色条件（见8.4.3，2006年版的6.4.2）；
3. d）修改了吸光度测定波长（见8.4.4，2006年版的6.4.3）；
4. e) 在配制工作曲线溶液时加入了试剂空白溶液（见8.5.1）。
5. 请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。
6. 本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。
7. 本文件起草单位：
8. 本文件主要起草人：
9. 本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：
10. ——2006年为首次修订；

——本次为第二次修订。

1. 引　　言

铝是我国主要的有色金属，是除钢铁之外的第二大应用金属，广泛应用于民用建筑、交通运输车辆、航空航天等。目前金属铝的生产普遍采用冰晶石-氧化铝熔盐电解法，现代化的铝电解工艺均为低分子比生产工艺，而氟化铝是保持铝电解低分子比生产工艺的关键，因此，作为铝电解生产中用量最多的添加剂，氟化铝的各项化学指标对控制好铝电解生产工艺，降低能耗极为关键，在氟化铝产品标准GB/T4292中对氟化铝中五氧化二磷的含量有明确要求，其含量的高低是评价氟化铝产品质量的重要指标之一，因此十分有必要建立一种能够准确测量氟化铝中五氧化二磷含量的方法。

 YS/T 581是《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》系列标准，该系列标准共包含18个部分，YS/T 581.9-2006为该系列标准的第9部分，由早期的国家标准GB/T 8156.9-1987转化而来。YS/T 581.9-2006在技术方面采标使用了国际标准ISO 5930:1979的方法，但国际标准为1979起草，标龄较长，随着科技的进步，其分析检测技术已不能满足现代化的仪器分析要求，因此YS/T 581.9-2006急需在技术方面进行修订与完善，修订后的标准能够更好的适应现代化的仪器分析技术要求，大大提升了测量方法的准确度和精密度，进一步完善我国氟化铝分析检测标准体系，大大促进我国铝工业生产质量控制和贸易规范化，对我国铝工业的发展起到技术支撑作用。

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第9部分：五氧化二磷含量的测定

钼蓝分光光度法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

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%～0.20%。

2规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

 GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

 GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3术语和定义

本标准没有需要界定的术语和定义。

4 原理

 试料用碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融，硝酸酸化。分取试液，在pH 约0.3时，加入钼酸铵使磷形成黄色磷钼杂多酸。加入抗坏血酸溶液，将磷钼杂多酸还原成磷钼蓝，于分光光度计波长750nm处测量其吸光度。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确定为分析纯的试剂和符合GB/T 6682要求的三级水。

5.1 无水碳酸钠（优级纯）。

5.2 硼酸（优级纯）。

5.3 硝酸（优级纯 1+1）。

5.4 氢氧化钠溶液（200g/L）。

5.5 钼酸铵酸性溶液（25g/L）：称取12.5g四水合钼酸铵[(NH4)6MO7O24·4H2O]，用100mL热水溶解，冷却后用5mol/L的硫酸稀释至500mL。

5.6 抗坏血酸（20g/L）使用时配制。

5.7 五氧化二磷标准贮存溶液：称取0.9588g磷酸二氢钾基准试剂[KH2PO4]，用水溶解后移500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含五氧化二磷1.000mg。

5.8 五氧化二磷标准溶液：移取10.00mL五氧化二磷标准贮存溶液（5.7），置于500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含五氧化二磷20.00μg。

5.9 酚酞乙醇溶液（10g/L）。

6 仪器设备

6.1 铂坩埚：50mL，带有铂盖。

6.2 高温炉：能控制温度在850℃±20℃。

6.3 聚四氟乙烯烧杯：300mL。

6.4 水浴锅：能控制温度在50℃±2℃。

6.5 分光光度计。

7 试样

样品研磨混匀后通过74μm标准筛，在110℃±5℃烘箱中烘烤2h，于干燥器中冷却至室温。

8 分析步骤

8.1 试料

称取0.5g试样（7），精确至0.0001g。

8.2 平行试验

 平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

 随同试料做空白试验

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于铂坩埚（6.1）中，加入6g无水碳酸钠（5.1）和2g硼酸（5.2），用铂勺混匀，盖上铂盖。放入已升温至850℃±20℃的高温炉（6.2）中，熔融30min（空白试验熔融5min），取出铂坩埚，于空气中冷却。

8.4.2 向坩埚中加入热水并加热使熔块溶解后，将试液移入盛有20mL硝酸（5.3）的300mL聚四氟乙烯烧杯（6.3）中，用10mL硝酸（5.3）溶解粘在坩埚壁上的残渣，用热水洗涤坩埚及坩埚盖，将溶液并入聚四氟乙烯烧杯中，加热至盐类全部溶解，取下聚四氟乙烯烧杯，流水冷至室温，将溶液移入250mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 立即移取50.00mL试液（8.4.2）于100mL容量瓶中，加入1滴酚酞乙醇溶液（5.9），滴加氢氧化钠溶液（5.4）至试液显微红色，加入10mL钼酸铵酸性溶液（5.5），混匀，加入5mL抗坏血酸溶液（5.6），以水稀释刻度，混匀，放入已升温至50℃的恒温水浴锅（6.4）中保温40min，取出流水冷却至室温。

8.4.4 将溶液（8.4.3）移入1cm吸收池中，以水为参比。于分光光度计波长750nm处测量其吸光度。将所测吸光度减去随同试料的空白吸光度后，从工作曲线上查出相应的五氧化二磷量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取0mL，2.00mL，4.00mL，6.00mL，8.00mL，10.00mL五氧化二磷标准溶液（5.8），分别置于一组100mL容量瓶中，加入50mL空白溶液，以下按8.4.3进行。

8.5.2 将部分溶液（8.5.1）移入1cm吸收池中，以水为参比，于分光光度计波长750nm处测量其吸光度。减去空白溶液吸光度后，以五氧化二磷量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据的处理

 五氧化二磷含量以五氧化二磷的质量分数$ w\_{P\_{2}O\_{5}}$计，按公式（1）计算：

$w\_{P\_{2}O\_{5}}=\frac{m\_{1}·V\_{0}}{m\_{0}·V\_{1}}×100$ ………………………………（1）

 式中：

$m\_{1}$——从工作曲线上查得的五氧化二磷量，单位为毫克（g）；

$V\_{0}$——试液总体积，单位为毫升（mL）；

$m\_{0}$——试料的质量，单位为毫克（g）；

$V\_{1}$——移取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留两位有效数字。

数值修约执行GB/T 8170。

10 精密度

10.1 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或外延法求得：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| $w\_{P\_{2}O\_{5}}$/% | 0.030  |  0.039 | 0.14  |
| *r*/% | 0.0023 |  0.0021 |  0.0038 |

表1 重复性限

10.2 再现性

 在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性（*R*），超过再现性（*R*）的情况不超过5%。再现性（*R*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得：

表2 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| $w\_{P\_{2}O\_{5}}$/% |  0.030 |  0.039 | 0.14 |
| *R*/% | 0.0044  |  0.0047 | 0.013  |

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试样；

——本部分编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。