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

Determination of chemical content and physical properties of aluminum fluoride -

Part 9: Determination of phosphorus pentoxide content -

molybdenum blue photometric method

（送审稿）

 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**

**CCS H30**

202X－XX－XX 发布 202X－XX－XX实施

**中华人民共和国工业和信息化部** 发布

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：灼减量的测定

——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

——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) 修改了测定范围（见第1章，2006年版的第1章）；

b) 增加了基体溶液（见5.7）

c) 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. d) 修改了熔样温度和时间（见8.4.1，2006年版本的6.4.1）；
2. e) 修改了样品显色条件（见8.4.3，2006年版的6.4.2）；
3. f）修改了测定波长（见8.4.4，2006年版的6.4.3）；
4. g）修改了精密度（见第10章，2006年版的第8章）。
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：中铝郑州有色金属研究院有限公司、多氟多新材料股份有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、南山铝业股份有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司、贵州路兴实业有限公司。
8. 本文件主要起草人：XXX、XXX
9. 本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：
10. ——本文件1987年首次发布为GB/T 8156.9-1987《工业用氟化铝化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》，2006年第一次修订为YS/T 581.9-2006；

——本次为第二次修订。

1. 引　　言

氟化铝作为电解铝生产中主要的原材料，其质量直接关系到电解铝工业中电解效率大小、吨铝能耗和电解铝产品质量优劣。五氧化二磷是氟化铝产品中的杂质，控制五氧化二磷含量在一定范围内是保证铝的质量的一个重要手段。

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》规定了使用分光光度法测定氟化铝中五氧化二磷含量的操作技术要求。此标准实施已有16年之久，在使用中存在一些缺点，如称样量和熔剂加入量大，熔样和提取困难；配制工作曲线溶液时未考虑基体溶液影响；熔样温度低；显色不完全；测定波长不合适等问题。

修订后的标准在技术路线上更加成熟，将进一步完善我国铝氟化铝分析检测标准体系。

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

1 范围

本文件规定了氟化铝中五氧化二磷含量的测定方法。

本文件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

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件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，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750 nm处测量其吸光度。

5 试剂或材料

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（1+1），优级纯。

5.4 氢氧化钠溶液（200 g/L）。

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

5.6 抗坏血酸（20 g/L），用时配制。

5.7 基体溶液：在铂坩埚（6.1）中加入6 g无水碳酸钠（5.1）和2 g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5 min，取出，冷却。向坩埚中加入热水，加热使熔块溶解完全，移入盛有20 mL硝酸（5.3）的聚四氟乙烯烧杯（6.3）中，用10 mL硝酸（5.3）溶解粘在坩埚壁上的残渣，用热水洗涤坩埚及盖，将洗液并入聚四氟乙烯烧杯中，加热至盐类全部溶解，取下，流水冷至室温，将溶液移入250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.8 五氧化二磷标准贮存溶液（1 mg/mL）：称取0.9588 g磷酸二氢钾（基准试剂，KH2PO4），用水溶解完全，移入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg五氧化二磷。

5.9 五氧化二磷标准溶液：移取10.00 mL五氧化二磷标准贮存溶液（5.8），置于500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含20 μg五氧化二磷。

5.10 酚酞乙醇溶液（10 g/L）。

6 仪器设备

6.1 铂坩埚，50 mL，带铂盖。

6.2 高温炉，能控制温度850 ℃±20 ℃。

6.3 聚四氟乙烯烧杯，300 mL。

6.4 水浴锅，能控制温度50 ℃±2 ℃。

6.5 分光光度计。

7 试样

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

8 分析步骤

8.1 试料

按表1称取试样（7），精确至0.0001 g。

表1 试料质量

|  |  |
| --- | --- |
| $w\_{P\_{2}O\_{5}}$/% | 试料质量/g |
| 0.002～0.010% | 1.0 |
| 0.010%～0.20% | 0.50 |

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（8.1）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6 g无水碳酸钠（5.1）和2 g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30 min（空白试验熔融5 min），取出，冷却。

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

8.4.3 移取50.00 mL试液于100 mL容量瓶中，加入1滴酚酞乙醇溶液（5.10），滴加氢氧化钠溶液（5.4）至试液显微红色，加入10 mL钼酸铵酸性溶液（5.5），混匀，加入5 mL抗坏血酸溶液（5.6），以水稀释刻度，混匀，置于50 ℃恒温水浴锅（6.4）中保温40 min，取出流水冷却至室温。

8.4.4 将溶液移入1 cm吸收池中，以水为参比。于分光光度计波长750 nm处测量其吸光度。将所测吸光度减去随同试料空白吸光度后，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0 mL，0.20 mL，1.00 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（5.9），分别置于一组100 mL容量瓶中，加入50 mL基体溶液（5.7），加入1滴酚酞乙醇溶液（5.10），以下按8.4.3进行。

8.5.2 将系列标准溶液移入1 cm吸收池中，以水为参比，于分光光度计波长750 nm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，相应的吸光度为纵坐标，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$计，按公式（1）计算：

$w=\frac{m\_{1}·V\_{0}×10^{-6}}{m\_{0}·V\_{1}}×100％$ ………………………………（1）

 式中：

$m\_{1}$——从工作曲线上查得的五氧化二磷量，单位为微克（μg）；

$V\_{0}$——试液总体积，单位为毫升（mL）；

$V\_{1}$——移取试液体积，单位为毫升（mL）；

$m\_{0}$——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果小于0.10%时表示至小数点后三位数字，计算结果大于0.10%时表示至小数点后两位数字。数值修约按照GB/T 8170的规定执行。

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2数据采用线性内插法或外延法求得：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*/% | 0.0072 | 0.030 | 0.079 | 0.136 |
| *r*/% | 0.0015 | 0.006 | 0.008 | 0.016 |

表2 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3数据采用线性内插法或外延法求得：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*/% | 0.0072 | 0.030 | 0.079 | 0.136 |
| *R*/% | 0.0028 | 0.007 | 0.013 | 0.020 |

表3 再现性限

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——所使用的标准（包括发布或出版年号）；

——所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——结果；

——观察到的异常现象；

——试验日期。