

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 磷量的测定 锑盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide—
Determination of phosphorus content—
The reduced molybdoantimonylphosphate complex spectrophotometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

前 言

YS/T 568《氧化锆、氧化铪化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分：氧化锆和氧化铪含量的测定 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 二安替吡啶甲烷分光光度法；
- 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、铪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 9 部分：氧化铪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、铪量的测定 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、氧化铪中磷量的测定》(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、范璞、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

磷量的测定

铈盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法

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0.2 mol/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700 nm处,测其吸光度。

铈基体略使结果偏低,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 mg 铝、锡、钒、铀,2 mg 钛、钍、砷、锗、铬,4 mg 硅和17 mg 铁,不干扰测定。

3 试剂

3.1 硼酸,优级纯。

3.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL),优级纯。

3.3 氨水(1+1),优级纯。

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

3.5 混合显色剂:

(A)硫酸(2.7 mol/L),优级纯。

(B)抗坏血酸溶液(30 g/L),用时现配。

(C)钼酸铵溶液(50 g/L)。

(D)酒石酸铈钾溶液:称取0.2743 g 酒石酸铈钾 $[\text{K}_2\text{SbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6]$ 溶于水中,并稀释至100 mL,混匀。此溶液1 mL含1 mg 铈。

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

3.6 磷标准贮存溶液:称取0.4264 g 磷酸氢二铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$ 溶于水中,用水移入1000 mL容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。此溶液1 mL含100 μg 磷。

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

4 仪器

分光光度计和高压溶样装置。

5 分析步骤

5.1 试料

称取0.10 g或0.20 g 试样,精确至0.0001 g。