



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.9—2006
代替 YS/T 273.9—1994

冰晶石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

Chemical analysis methods
and physical properties of cryolite—
Part 9:Determination of phosphorous pentoxide
by molybdenum blue photometric method

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前　　言

YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 13 部分：

- 第 1 部分 重量法测定湿存水含量；
- 第 2 部分 灼烧减量的测定；
- 第 3 部分 蒸馏-硝酸钍容量法测定氟含量；
- 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 铜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含量；
- 第 8 部分 硫酸钡重量法测定硫酸根含量；
- 第 9 部分 铜蓝分光光度法测定五氧化二磷含量；
- 第 10 部分 重量法测定游离氧化铝含量；
- 第 11 部分 X 射线荧光光谱分析法测定硫含量；
- 第 12 部分 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；
- 第 13 部分 试样的制备和贮存。

本部分为第 9 部分。

本部分是对 YS/T 273.9—1994 的修订，除进行编辑整理外，增加了精密度和质量保证与控制两章，其他内容基本没有变化。

本部分代替 YS/T 273.9—1994。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝厂、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝厂起草。

本部分主要起草人：张颖、孙宇飞、吴玉春、计春雷、侯霞、司春香、朱起顺。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 273.9—1994。

冰晶石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

1 范围

本部分规定了冰晶石中五氧化二磷含量的测定方法。

本部分适用于冰晶石中五氧化二磷含量的测定。测定范围(质量分数)： $\leq 0.500\%$ 。

2 方法提要

试料用碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融，以硝酸酸化。用氢氧化钠调节酸度，在 pH 0.3 或 0.3 以下时加入钼酸铵使磷形成磷钼杂多酸，经还原成磷钼蓝后，于分光光度计波长 662 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠(优级纯)。

3.2 硼酸(优级纯)。

3.3 硝酸溶液：移取 540 mL 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)置于 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.4 钼酸铵酸性溶液(25 g/L)：称取 25 g 四水合钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，用 200 mL 热水溶解。冷却后，用 5 mol/L 的硫酸稀释到 1 L。此溶液贮存于聚乙烯瓶中。

3.5 抗坏血酸溶液(20 g/L)。

3.6 氢氧化钠溶液(500 g/L)。

3.7 五氧化二磷标准贮存溶液：称取 0.194 4 g 一水合磷酸二氢钠 $[\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ ，用水溶解后移入 1 L 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.100 mg 五氧化二磷。

3.8 五氧化二磷标准溶液：移取 50.00 mL 磷标准贮存溶液(3.7)置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.010 mg 五氧化二磷。

3.9 酚酞乙醇溶液(10 g/L)。

4 仪器及设备

4.1 铂皿及皿盖：直径 70 mm，高 35 mm。

4.2 高温炉：能控制温度在 825 ℃ ± 20 ℃。

5 试样

试样应符合 YS/T 273.13 中 3.3 的要求。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 2 g 试样(5)，精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立的进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。