

ICS 77.120.10
H 61



中华人民共和国国家标准

GB/T 22662.9—2008

GB/T 22662.9—2008

氟钛酸钾化学分析方法 第9部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of potassium fluotitanate—
Part 9: Determination of phosphorus pentoxide content—
Molybdenum blue photometric method

中华人民共和国
国家标准
氟钛酸钾化学分析方法
第9部分：五氧化二磷含量的测定
钼蓝分光光度法
GB/T 22662.9—2008

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

*
书号：155066·1-35899 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 22662.9—2008

2008-12-29 发布

2009-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

6 试样

试样应符合 GB/T 22662.1—2008 中 3.3 的要求。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.25 g 试样(6),精确至 0.000 1 g,记为 m_0 。

7.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料(7.1)置于 100 mL 容量瓶中,加 9.0 mL 硫酸(4.1),加入 30 mL 40 °C~60 °C 的热水,盖紧瓶盖,摇动容量瓶使试样全部溶解,加入 20 mL 硼酸溶液(4.2),加 8.5 mL 盐酸(4.4),加水至体积 80 mL 左右,加入 5.0 mL 抗坏血酸(4.5),加入 3.5 mL 钼酸铵(4.3),在沸水浴中发色 4 min,冷却,稀至刻度,摇匀。

7.4.2 将部分溶液移入 2 cm 吸收池中,于分光光度计上波长 800 nm 处,以水为参比,测量其吸光度。将所测吸光度减去随同试样的空白试验溶液吸光度后,从工作曲线上查出相应的五氧化二磷量。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 于一组 100 mL 容量瓶中各加入 25 mL 氟钛酸钾基体溶液(4.8),分别移取 0 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(4.7),加入 15 mL 盐酸(4.4),加水至体积 80 mL 左右,以下按分析步骤 7.4.1 进行。

7.5.2 将部分溶液(7.5.1)移入 2 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 800 nm 处测量其吸光度,减去试剂空白溶液吸光度后,以五氧化二磷含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的计算

按公式(1)计算五氧化二磷的质量分数(%):

$$w(\text{P}_2\text{O}_5) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的五氧化二磷量,单位为克(g);

m_0 ——分取试料的质量,单位为克(g)。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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)按以下数据采用线性内插法求得。

五氧化二磷量的质量分数/%:	0.003	0.008	0.016
重复性限 r /%:	0.002	0.004	0.004

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 1 所列允许差。

前 言

GB/T 22662《氟钛酸钾化学分析方法》共分为 9 部分:

——第 1 部分:试样的制备和贮存;

——第 2 部分:湿存水含量的测定 重量法;

——第 3 部分:氟钛酸钾含量的测定 硫酸高铁铵容量法;

——第 4 部分:硅含量的测定 钼蓝分光光度法;

——第 5 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 6 部分:铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 7 部分:铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 8 部分:氯含量的测定 硝酸汞容量法;

——第 9 部分:五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为 GB/T 22662 的第 9 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:湖南有色氟化学有限责任公司。

本部分参加起草单位:多氟多化工股份有限公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院、衡阳市邦友化工科技有限公司。

本部分主要起草人:黎志坚、朱亮、廖志辉、薛旭金、施秀华、李永强、冯敬东、刘志鸿、黄尤菊、刘敏。