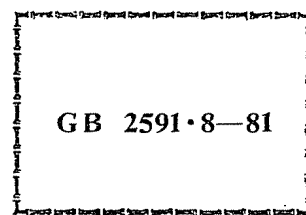


中华人民共和国
国家标准

氟碳铈镧矿精矿中五氧化二磷量的测定
(磷钼蓝比色法)



总则及一般规定按GB 1467—78执行外,另规定如下:(1)分析试样在105~110℃温度下烘干2小时后,放置干燥器中保存。(2)试样的粒度需通过180目筛。(3)熔样加盖。

1. 方法提要

试样经碱熔后热水提取,用硝酸酸化溶液。在2N硝酸酸度下,加入铋盐作催化剂,抗坏血酸还原磷钼黄络合物为磷钼蓝,在波长690nm处进行比色。

测定范围:0.50~7.0%。

2. 试剂

硝酸(比重1.42)。

氢氧化钠。

过氧化钠。

过氧化氢(30%)。

乙醇。

抗坏血酸(5%)。

钼酸铵(10%)(用氨水调至pH 7)。

10N硝酸—5%硝酸铋混合液:25克硝酸铋加入500毫升硝酸(10N)。

五氧化二磷标准溶液:称取0.3438克优级纯磷酸二氢钾溶于水,加2毫升硝酸,移入1000毫升容量瓶中,稀释至刻度。此溶液1毫升含200微克五氧化二磷。

吸取50.00毫升溶液于1000毫升容量瓶中,稀释至刻度,此溶液1毫升含10微克五氧化二磷。

3. 分析步骤

称取0.1000克试样于盛有4克氢氧化钠的刚玉坩埚中(预先烘去水分),加入2克过氧化钠^①,置于750℃左右马弗炉中熔融5~10分钟,取出冷却后,放在300毫升烧杯中,用150毫升热水浸取熔融物,加入15毫升硝酸酸化,用水洗出坩埚,煮沸使溶液清亮,冷却后移入250毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。吸取5.00毫升溶液于50毫升容量瓶中,加入10毫升硝酸—硝酸铋混合液,稀释至近30毫升^②,加入2毫升抗坏血酸,用水吹洗容量瓶口,加10毫升乙醇,边摇边慢慢加入5毫升钼酸铵,立即边摇边稀释至刻度^③,摇匀。以试剂空白为参比,2分钟后于72型分光光度计上,在波长690nm处,用1厘米液槽测其吸光度,从工作曲线上查得五氧化二磷的含量。

工作曲线的绘制:取0.00、1.00、3.00、……15.00毫升五氧化二磷标准溶液于50毫升容量瓶中,加入10毫升硝酸—硝酸铋混合液,以下操作同分析步骤,测其吸光度,绘制工作曲线。

五氧化二磷的百分含量按下式计算:

$$P_2O_5\% = \frac{W_1 \times 10^{-6}}{W \times \frac{V}{250}} \times 100$$

式中: W_1 ——从工作曲线上查得五氧化二磷的量(微克);