



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22661.10—2008

GB/T 22661.10—2008

## 氟硼酸钾化学分析方法 第 10 部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of potassium fluoborate—  
Part 10: Determination of phosphorus pentoxide content—  
Molybdenum blue photometric method

中华人民共和国  
国家标准  
氟硼酸钾化学分析方法  
第 10 部分：五氧化二磷含量的测定  
钼蓝分光光度法  
GB/T 22661.10—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](http://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：155066·1-35909 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 22661.10—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 22661.1—2008 中 3.3 的要求。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

称取 0.5 g 试样(6),精确至 0.000 1 g。

### 7.2 测定次数

独立的进行两次测定,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)置于铂皿(5.1)中,加入 2.5 g 无水碳酸钠(4.1)和 0.5 g 硼酸(4.2),用铂勺小心地混合均匀,于电炉(5.2)上烤干水分后,转移到 850 °C 高温炉(5.3)中熔样 20 min,取出,冷却至室温,加入 30 mL 盐酸(4.3),待剧烈反应后放铂皿到电炉(5.2)上加热到溶液清亮,取下,冷却到室温,将皿内溶液洗入 100 mL 容量瓶中,洗净器皿,加 8.0 mL 盐酸(4.4),加 5.0 mL 抗坏血酸(4.5),加水至 80 mL 左右,加 3.5 mL 钼酸铵(4.6),在沸水浴中发色 4 min,冷却,稀释至刻度,摇匀。

7.4.2 将部分溶液(7.4.1)移入 2 cm 吸收池中,于分光光度计上波长 800 nm 处,以纯水作参比测定其吸光度,测得吸光度减空白值并查对工作曲线计算结果,记为  $m_1$ 。

### 7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 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(4.8),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加 30 mL 盐酸(4.3),加 5.0 mL 抗坏血酸(4.5),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 5 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(%):

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

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的五氧化二磷的量,单位为克(g);

$m$ ——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/%:	0.001 4	0.003 9	0.007 1
重复性限 $r$ /%:	0.000 8	0.001 4	0.002 5

### 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 22661《氟硼酸钾化学分析方法》共分为 10 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:氟硼酸钾含量的测定 氢氧化钠容量法;

——第 4 部分:镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 5 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 6 部分:硅含量的测定 钼蓝分光光度法;

——第 7 部分:钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 8 部分:游离硼酸含量的测定 氢氧化钠容量法;

——第 9 部分:氯含量的测定 硝酸汞容量法;

——第 10 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 22661 的第 10 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、王建萍、陈以春、王慧、冯敬东、刘志鸿、黄尤菊、刘敏。