

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 17 部分。

本标准对 GB/T 6609.17—1986《氧化铝化学分析方法 钼蓝光度法测定五氧化二磷量》进行了如下修订:

- 修改了五氧化二磷标准溶液的配制浓度。
 - 修改了熔样所用碳酸钠和硼酸的量。
 - 修改了工作曲线中五氧化二磷标准溶液的加入量。
 - 测定范围由原来的 0.000 3%~0.003%修改为 0.000 2%~0.003 0%,并相应修改了允许差。
- 本标准非等效采用 ISO 2829:1973《主要用于铝生产的氧化铝 磷含量的测定 钼蓝光度法》。
- 本标准自实施之日起代替 GB/T 6609.17—1986。
- 本标准由中国有色金属工业协会提出。
- 本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。
- 本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。
- 本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。
- 本标准主要起草人:路培乾、冯敬东、马文民、郭永恒、孙浩然。
- 本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。
- 本标准所代替标准的历次版本发布情况为:
- GB/T 6609.17—1986。

氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法

钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中五氧化二磷含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中五氧化二磷含量的测定。测定范围：0.000 2%~0.003 0%。

2 方法原理

试料用碳酸钠—硼酸熔融，将熔融物用稀硝酸浸取后，调节溶液 pH 为 2，在硫酸介质中，加入钼酸铵，生成钼钒黄络合物，用异丁醇萃取，有机相用氯化亚锡还原为磷钼蓝，于分光光度计波长 730 nm 处测量其吸光度。

钒的干扰用硫酸亚铁铵消除。

3 试剂

- 3.1 无水碳酸钠：优级纯。
- 3.2 硼酸：优级纯。
- 3.3 2-甲基-1-丙醇(异丁醇)(ρ 0.802 g/mL)。
- 3.4 乙酸铵溶液(500 g/L)：必要时过滤。
- 3.5 硫酸铁溶液：称取 0.5 g 硫酸铁 $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 或 0.86 g 硫酸铁铵 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶于已加有 2 mL 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)的 50 mL 水中，用水稀释至 100 mL，混匀。此溶液 1 mL 约含 1 mg 铁。
- 3.6 硫酸亚铁铵溶液：称取 0.5 g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于已加有 0.5 mL 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)的 50 mL 水中，用水稀释至 100 mL，混匀。此溶液 1 mL 约含 0.7 mg 铁。用时配制。
- 3.7 钼酸铵溶液(25 g/L)：称取 5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 60℃ 左右的热水中，冷却后用水稀释至 150 mL 左右，边搅拌边加入 28 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)，冷却后用水稀释至 200 mL，混匀。将此溶液贮存于聚乙烯瓶中。
- 3.8 氯化亚锡溶液(2.38 g/L)：称取 0.238 g 氯化亚锡 $[\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 17 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)中，用水稀释至 100 mL，混匀。将此溶液贮存于聚乙烯瓶中，用时配制。
- 3.9 硝酸(8 mol/L)。
- 3.10 硫酸(0.5 mol/L)。
- 3.11 硫酸(0.25 mol/L)。
- 3.12 硫酸洗涤液：用异丁醇使硫酸(3.11)饱和。
- 3.13 五氧化二磷标准贮存溶液：称取 0.958 8 g 基准磷酸二氢钾(预先在 105℃ 干燥 2 h 后，置于干燥器中冷却至室温)溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 五氧化二磷。
- 3.14 五氧化二磷标准溶液：移取 25.00 mL 五氧化二磷标准贮存溶液(3.13)于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 五氧化二磷。
- 3.15 五氧化二磷标准溶液：移取 25.00 mL 五氧化二磷标准溶液(3.14)于 250 mL 容量瓶中，用水稀