



YS/T568.7-2006

中华人民共和国

国家标准

# 氧化锆、氧化钪中磷量的测定 (铋盐—抗坏血酸钼蓝吸光光度法)

GB 2590.7—81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

调整为: YS/T 568.7-2006

## 1. 方法提要

试样以氢氟酸于高压溶样装置中溶解, 加入硼酸, 在0.4N硫酸酸性溶液中, 磷与钼酸铵、铋盐、抗坏血酸形成钼蓝, 于波长700nm处, 测其吸光度。

锆基体略使结果偏低, 为消除影响, 须以等量锆作基底, 制备工作曲线。钪基体无干扰。

在硫代硫酸钠和氟硼酸掩蔽下, 待测溶液中分别含1毫克铝、锡、钒、铀, 2毫克钛、钽、砷、锗、铬, 4毫克硅和17毫克铁, 不干扰测定。

测定范围: 0.005~0.8%。

## 2. 试剂与仪器

硼酸: 优级纯。

氢氟酸(比重1.15): 优级纯。

氢氧化铵(1+1)。

混合掩蔽剂: 将0.8%硫代硫酸钠溶液和8%亚硫酸氢钠溶液等体积混合。

混合显色剂:

(A) 硫酸(5.4N): 优级纯。

(B) 抗坏血酸溶液(3%): 用时现配。

(C) 钼酸铵溶液(5%): 优级纯。

(D) 酒石酸铋钾溶液: 称取0.2743克酒石酸铋钾  $[K_2SbOC_4H_4O_6]$  溶于水中, 并稀释至100毫升, 混匀。此溶液每毫升含1毫克铋。

取50毫升(A)溶液、20毫升(B)溶液、15毫升(C)溶液、6毫升(D)溶液混合, 用水稀释至100毫升混匀(用时现配)。

氧化锆基底溶液: 称取6份0.1000或0.2000克不含磷或含低量磷的氧化锆, 分别置于高压溶样装置的聚四氟乙烯坩埚中, 各加入1或2毫升氢氟酸(比重1.15), 按溶样手续操作, 用水并入120毫升聚乙烯瓶中, 并稀释至60或120毫升, 混匀。

磷标准溶液:

(甲) 称取0.4264克磷酸氢二铵  $[(NH_4)_2HPO_4]$  溶于水中, 用水移入1000毫升容量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀。此溶液1毫升含100微克磷。

(乙) 移取25.00毫升溶液(甲), 置于250毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1毫升含10微克磷。

高压溶样装置(原则上使用如下图所示的装置)。