



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 281.5—2011
代替 YS/T 281.5—1994

钴化学分析方法 第 5 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of cobalt—
Part 5: Determination of phosphorus content—
Molybdenum blue spectrophotometry

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 281《钴化学分析方法》共分为如下 20 个部分：

- 第 1 部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 4 部分：砷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 5 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 6 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分：铜、锰量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分：砷、锑、铋、锡、铅量的测定 电热原子吸收光谱法
- 第 13 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 14 部分：碳量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 15 部分：砷、锑、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 16 部分：砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、锑、硅、锰、铁、镍、铝、镁量的测定 直流电弧原子发射光谱法
- 第 17 部分：铝、锰、镍、铜、锌、镉、锡、锑、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法
- 第 18 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 19 部分：钙、镁、锰、铁、镉、锌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 20 部分：氧量的测定 脉冲-红外吸收法

本部分为 YS/T 281 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 281.5—1994《钴化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量》。与 YS/T 281.5—1994 相比，本部分主要有如下变化：

- 测定范围由 0.000 5%~0.005% 修改为 0.000 20%~0.005 0%；
- 萃取剂由三氯甲烷-正丁醇修改为异丁醇；
- 溶样方式由硝酸改为混合酸；
- 对文本格式进行了修改，补充了质量保证和控制条款，增加了重复性限和再现性限；
- 补充了对试验报告的要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本标准负责起草单位：金川集团有限公司、北京矿业研究总院。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位：金川集团有限公司、江苏凯力克钴业股份有限公司。

本部分主要起草人：刘芳、童坚、李娜、刘冰心、吕庆成、董丽萍、伍一根。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 281.5—1994。

钴化学分析方法

第5部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 281 的本部分规定了钴中磷含量的测定方法。

本部分适用于钴中磷含量的测定，测定范围：0.000 20%~0.005 0%。

2 方法提要

试料用混合酸溶解，在硫酸介质中，正磷酸与钼酸铵生成的磷钼杂多酸可被异丁醇萃取，以氯化亚锡将磷钼杂多酸还原，于分光光度计波长 620 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

如无特殊说明，所用试剂均为分析纯试剂，制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水或相当纯度的实验室用水。

3.1 异丁醇。

3.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)，mos 级。

3.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)，mos 级。

3.4 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)，mos 级。

3.5 过氧化氢($\rho=1.1$ g/mL)，mos 级。

3.6 混合酸： $V(\text{硝酸}) : V(\text{盐酸}) : V(\text{水}) = 3 : 1 : 6$ 。

3.7 钼酸铵溶液：100 g/L。

3.8 硫酸：3.0 mol/L。

3.9 硫酸(0.25 mol/L)：1 000 mL 0.25 mol/L 硫酸与 100 mL 异丁醇充分混匀。

3.10 硫酸：0.5 mol/L。

3.11 氯化亚锡溶液(10 g/L)：1 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 10 mL 盐酸中(3.2)，用水稀释至 100 mL。用时现配。

3.12 磷标准贮存溶液：称取 0.219 5 g 基准磷酸二氢钾(预先经 105 °C~110 °C 烘干至恒重)，溶于水中，加 10 mL 硝酸(3.3)，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水定容，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 50 μg 磷。

3.13 磷标准溶液：移取 20.00 mL 磷标准贮存溶液(3.12)置于 1 000 mL 容量瓶中，以水定容，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 磷。