

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 514.8—2009

代替 YS/T 514.3—2006

高钛渣、金红石化学分析方法 第 8 部分：磷量的测定 锑钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of high titanium slag and rutile—
Part 8: Determination of phosphorus content—
Antimony molybdenum blue spectrophotometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 514《高钛渣、金红石化学分析方法》分为 10 个部分：

- 第 1 部分：二氧化钛量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第 2 部分：全铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 3 部分：硫量的测定 高频红外吸收法；
- 第 4 部分：二氧化硅量的测定 称量法、钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：氧化铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：一氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：磷量的测定 铈钼蓝分光光度法；
- 第 9 部分：氧化钙、氧化镁、一氧化锰、磷、三氧化二铬和五氧化二钒量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 10 部分：碳量的测定 高频红外吸收法。

本部分为 YS/T 514 的第 8 部分。

本部分代替 YS/T 514.3—2006《高钛渣、金红石化学分析方法 萃取钼蓝光度法测定磷量》。

本部分与 YS/T 514.3—2006 相比，主要变化如下：

- 方法由萃取-钼蓝光度法改为铈钼蓝分光光度法；
- 30 mL 银坩埚改为 30 mL 镍坩埚；
- 重新确定称样量，称样量 0.400 0 g；
- 氢氧化钠用量改为 4 g；
- 波长由 680 nm 改为 710 nm；
- 方法由基体匹配法改为标准曲线法；
- 增加了重复性限和质量保证与控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：遵义钛业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：金川集团有限公司、抚顺钛业有限公司。

本部分主要起草人：杨再江、袁继维、张瑾洁、庄军、喻生洁、马玉萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4102.3—1983；
- YS/T 514.3—2006。

高钛渣、金红石化学分析方法

第8部分：磷量的测定

铈钼蓝分光光度法

1 范围

YS/T 514 的本部分规定了高钛渣、金红石中磷量的测定。

本部分适用于高钛渣、金红石中磷量的测定。测定范围：0.001%~0.100%。

本部分适用于含硅、砷量不大于 3 mg 试液中磷的测定。

2 方法提要

试料用氢氧化钠-过氧化钠熔融，热水浸取并分离除去钛、铁等杂质元素。在 0.6 mol/L 的硫酸介质中，磷与铈、钼生成蓝色的三元络合物，于分光光度计波长 710 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 氢氧化钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 无水乙醇。

3.4 硫酸(1+5)，由优级纯硫酸配制。

3.5 酚酞(1 g/L)，用乙醇配制。

3.6 硫酸-钼酸铵溶液：称取 18.00 g 钼酸铵于 100 mL 水中加热溶解完全，冷却稀释至 500 mL，然后加入硫酸(ρ 约 1.84 g/mL)100 mL，混匀。

3.7 酒石酸铈钾-酒石酸溶液：称取 0.3 g 酒石酸铈钾，20 g 酒石酸，加 20 mL 乙醇(3.3)，加 100 mL 水使其完全溶解，稀释至 600 mL，摇匀。

3.8 抗坏血酸溶液：20 g/L，用时现配。

3.9 混合显色溶液：取硫酸-钼酸铵溶液(3.6)、酒石酸铈钾-酒石酸溶液(3.7)、抗坏血酸溶液(3.8)按 1:1:1 的比例混合摇匀，用时现配制。

3.10 磷标准贮存溶液：称取 4.393 7 g 基准试剂磷酸二氢钾(预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h，并置于干燥器中冷却至室温)，置于 200 mL 烧杯中，加水溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 磷。

3.11 磷标准溶液：移取 10.00 mL 磷标准贮存溶液(3.10)，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 磷。

4 仪器

可见光分光光度计

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 90 μm 。

5.2 试样需预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(5)质量,精确至 0.000 1 g。

表 1

磷质量分数/%	试料质量/g	分取试液体积/mL
0.001~0.02	0.4	50.00
>0.02~0.05	0.4	25.00
>0.05~0.1	0.4	10.00

6.2 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 于 30 mL 镍坩埚中加入 4 g 氢氧化钠(3.1),放入 400 ℃ 的马弗炉中除去水份,冷却后,放入试料(6.1)。加入 0.5 g~1 g 过氧化钠(3.2)覆盖于试料的表面,将坩埚置于 750 ℃~800 ℃ 的马弗炉中熔融 8 min~10 min,取下冷却。

6.4.2 用水冲洗净镍坩埚(6.4.1)外壁,将坩埚放入 250 mL 塑料杯中,用热水浸取熔块;加入 2 mL~3 mL 乙醇(3.3),再用热水洗净坩埚。在沸水浴上煮沸 3 min~5 min;取下流水冷却至室温。

6.4.3 将试液(6.4.2)移入 100 mL 量瓶中,定容、混匀。立即倒回原杯中,用中速滤纸干过滤。

6.4.4 按表 1 分取滤液于 100 mL 量瓶中,加一滴酚酞(3.5),用硫酸(3.4)中和至红色恰好消失。加水稀释至体积约 60 mL,加入 15 mL 混合显色液(3.9),用水稀释至刻度,混匀。放置 15 min 后用 3 cm 比色皿,在分光光度计波长 710 nm 处,以试料空白为参比,测量试液的吸光度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 磷标准溶液(3.11),置于一组 100 mL 容量瓶中,加水至体积约 60 mL,加入 15 mL 混合显色液(3.9),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 放置 15 min 后用 3 cm 比色皿,在分光光度计波长 710 nm 处,以试剂空白为参比,测量试液的吸光度。以磷量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果计算

磷含量以磷的质量分数 w_P 计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w_P = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——工作曲线上查得的磷量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_0 ——溶液总体积;单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次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)采用以下数据表 2:

表 2

磷的质量分数/%	0.003 1	0.025
重复性限(r)/%	0.000 6	0.005

8.2 允许差

各实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

磷含量/%	允许差/%
0.001 0~0.005 0	0.002
>0.005 0~0.010	0.004
>0.010~0.030	0.007
>0.030~0.050	0.010
>0.050~0.10	0.020

9 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样代替),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
高钛渣、金红石化学分析方法
第 8 部分:磷量的测定
铈钼蓝分光光度法
YS/T 514.8—2009

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
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
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

书号: 155066 · 2-20587

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



YS/T 514.8-2009