

氟石化学分析方法
钼蓝分光光度法测定磷量

UDC 549.454
: 543.42
: 546.18
GB 5195.6—85

Methods for chemical analysis of fluorspar
The molybdenum blue photometric method
for the determination of phosphorus content

本标准适用于氟石中磷量的测定。测定范围：0.002 ~ 0.50%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用氢氟酸、高氯酸溶解。在1N的盐酸介质中加入钼酸铵与磷生成磷钼杂多酸，以抗坏血酸盐酸羟胺将磷钼杂多酸还原成磷钼蓝。于分光光度计波长800 nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 氢氟酸（比重1.13）：优级纯。

2.2 高氯酸（比重1.67）：优级纯。

2.3 氢溴酸（比重1.38）：优级纯。

2.4 盐酸（比重1.19）。

2.5 盐酸（1 + 1）。

2.6 混合还原剂：二份5%抗坏血酸与一份5%盐酸羟胺溶液混匀。当日配制。

2.7 钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]溶液（4%）：称取4g钼酸铵置于烧杯中，加入适量水，加热溶解，冷至室温，用水稀释至100ml，混匀，过滤。

2.8 磷标准贮存溶液：称取4.3937g预先在105 ~ 110℃干燥2h并置于干燥器中冷至室温的磷酸二氢钾（基准试剂）。加入适量水溶解完全后，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1mg磷。

2.9 磷标准溶液：移取10.00ml磷标准贮存溶液（2.8），置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.01mg磷。

3 仪器

分光光度计。

4 试样

4.1 试样应通过240目筛网。

4.2 试样需预先在105 ± 1℃干燥2h，置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，取其平均值。

5.2 试样量

按表 1 规定称取试样。

表 1

磷 量 %	试 样 量 g
0.002 ~ 0.02	0.2000
>0.02 ~ 0.50	0.1000

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样 (5.2) 置于 35ml 聚四氟乙烯坩埚或铂坩埚中。

5.4.2 加入 4 ml 氢氟酸 (2.1)，低温加热溶解，蒸发至近干，加入 2 ml 氢氟酸 (2.1)，继续蒸发至近干，稍冷。

5.4.3 加入 3 ml 盐酸 (2.4)、0.5 ml 氢溴酸 (2.3)，蒸发至近干，稍冷。

5.4.4 加入 2 ml 高氯酸 (2.2)，蒸发至近干，稍冷。加入 7 ml 盐酸 (2.5)，加热至盐类溶解，冷至室温，移入 50ml 容量瓶中。

5.4.5 按表 2 移取试样溶液、补加盐酸 (2.5)，置于另一个 50ml 容量瓶中。

表 2

磷 量 %	试 样 量 g	分取试样量 ml	补加盐酸量 (2.5) ml
0.002 ~ 0.02	0.2000	全取	/
>0.02 ~ 0.05	0.1000	全取	/
>0.05 ~ 0.10	0.1000	25/50	3.50
>0.10 ~ 0.50	0.1000	5/50	6.30

5.4.6 加入 3 ml 混合还原剂 (2.6)，混匀，用水稀释到约 35ml，边摇边加入 4 ml 钼酸铵溶液 (2.7) 用水吹洗瓶颈，置于沸水浴上加热 5 min，取下流水冷至室温，用水稀释至刻度，混匀。

5.4.7 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以随同试样的空白为参比，于分光光度计波长 800 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的磷量。

5.5 工作曲线的绘制

移取 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml 磷标准溶液 (2.9)，分别置于一组 50ml 容量瓶中，各加入 7 ml 盐酸 (2.5)，以下按 5.4.6 款同时显色，以试剂空白 (本条中不加磷标准溶液) 为参比，于分光光度计波长 800 nm 处测量其吸光度。以磷量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算磷的百分含量：

$$P (\%) = \frac{m_1 V_0}{m_0 V_1} \times 100$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的磷量，g；

V_0 ——试液的总体积，ml；

V_1 ——分取试液的体积, ml;

m_0 ——试样量, g。

7 允许差

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 量	允 许 差
0.0020~0.0050	0.0008
>0.0050~0.0100	0.0015
>0.0010~0.030	0.003
> 0.030 ~0.050	0.005
>0.050 ~0.100	0.008
>0.10 ~0.30	0.01
>0.30~0.50	0.02

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由浙江省萤石矿山公司负责起草。

本标准由浙江省冶金研究所起草。

本标准主要起草人董丽娟、王凤美。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部部标准 YB 322—65《萤石化学分析方法》作废。