

氟石化学分析方法
钼蓝—罗丹明B分光光度法测定磷量

UDC 549.454
: 543.42
: 546.18
GB 5195.7—85

Methods for chemical analysis of fluorspar
The molybdenum blue—rhodamine B 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：0.0003~0.0050%。

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

试样用氢氟酸分解，氢溴酸除砷，以抗坏血酸—盐酸羟胺作还原剂，在1N盐酸酸度下加入钼酸铵生成磷钼蓝，再加入罗丹明B生成三元络合物。于分光光度计波长585nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 盐酸（比重1.19）。

2.2 盐酸（1+1）。

2.3 氢氟酸（比重1.15）：优级纯。

2.4 氢溴酸（比重1.38）：优级纯。

2.5 高氯酸（比重1.67）：优级纯。

2.6 钼酸铵溶液（4%）：称取4g钼酸铵 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ ，置于烧杯中，加入适量水，加热溶解后，冷却，用水稀释至100ml，混匀，过滤。

2.7 聚乙烯醇（平均聚合度为2400~2500）溶液（0.5%）：称取0.5g聚乙烯醇，置于烧杯中，加入适量的热水煮沸溶解，冷却后用水稀释至100ml，混匀，过滤。

2.8 罗丹明B溶液（0.02%）：称取0.05g罗丹明B，置于烧杯中，加入适量水使其溶解，用水稀释至250ml，混匀。贮存于棕色瓶中。

2.9 混合还原剂：抗坏血酸溶液（5%）及盐酸羟胺溶液（5%），按（2+1）体积混合。

2.10 磷标准贮存溶液：称取0.4394g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），置于200ml烧杯中，加入适量水溶解后，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg磷。

2.11 磷标准溶液：移取10.00ml磷标准贮存溶液（2.10），置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.001mg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

称取0.2000g试样。

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聚四氟乙烯或铂坩埚中。

5.4.2 加入4ml氢氟酸(2.3)，低温加热溶解蒸发至近干，加入2ml氢氟酸(2.3)，继续蒸发至近干，稍冷。

5.4.3 加入3ml盐酸(2.1)、0.5ml氢溴酸(2.4)，加热蒸发至近干，稍冷，加入2ml高氯酸(2.5)，再加热蒸发至近干，取下，稍冷。

5.4.4 加入5.0ml盐酸(2.2)，加热至盐类溶解，冷至室温，移入50ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.4.5 移取20.00ml试液(5.4.4)二份，分别置于50ml容量瓶中，各加入5.0ml盐酸(2.2)，一份作显色液，另一份作参比液。

5.4.6 显色液：加入2ml聚乙烯醇溶液(2.7)、3ml混合还原剂(2.9)，用水稀释至体积约35ml，混匀，边摇边加入4ml钼酸铵溶液(2.6)，用水吹洗瓶颈，加入5.0ml罗丹明B(2.8)，置于沸水浴上加热6min，取出，流水冷至室温，并用水稀释至刻度，混匀。移入2cm比色皿中。以参比液(5.4.7)为参比，于分光光度计波长585nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的磷量。

5.4.7 参比液：按5.4.6款进行，但不加入钼酸铵溶液，改加入4ml水。

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(2.11)，分别置于一组50ml容量瓶中，加入7.0ml盐酸(2.2)，以下按5.4.6款进行。以试剂空白(本条中不加磷标准溶液者)为参比，于分光光度计波长585nm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：

$$P(\%) = \frac{(m_1 - m_2) V_0}{m_0 V_1} \times 100$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的磷量，g；

m_2 ——自工作曲线上查得的随同试样所做空白的磷量，g；

V_0 ——试液总体积，ml；

V_1 ——分取溶液体积，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下表所列允许差。

GB 5195.7—85

		%
磷	量	允 许 差
	0.0003 ~ 0.0005	0.0002
	>0.0005 ~ 0.0010	0.0003
	>0.0010 ~ 0.0030	0.0005
	>0.0030 ~ 0.0050	0.0008

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。