

## 前 言

本标准对 GB/T 3286.8—1988《石灰石、白云石化学分析方法 钼蓝光度法测定磷》进行修订。非等效采用 JIS M 8850:1994《石灰石化学分析方法》中五氧化二磷测定方法。

本标准此次修订在“范围”中明确也适用于冶金石灰中磷量的测定。分析方法中对试料量作了调整。显色液在其最大吸收波长 825 nm 处测量吸光度,增加测量灵敏度。“允许差”中增加了实验室内允许差。

GB/T 3286《石灰石、白云石化学分析方法》包括以下九个分标准:

GB/T 3286.1 氧化钙量和氧化镁量的测定;

GB/T 3286.2 二氧化硅量的测定;

GB/T 3286.3 氧化铝量的测定;

GB/T 3286.4 氧化铁量的测定;

GB/T 3286.5 氧化锰量的测定;

GB/T 3286.6 磷量的测定;

GB/T 3286.7 硫量的测定;

GB/T 3286.8 灼烧减量的测定;

GB/T 3286.9 二氧化碳量的测定。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 3286.8—1988。

本标准由中华人民共和国原冶金工业部提出。

本标准由原冶金工业部信息标准研究院归口。

本标准由武汉钢铁(集团)公司负责起草。

本标准起草单位:武汉钢铁(集团)公司技术中心、中南冶金地质研究所。

本标准主要起草人:曹宏燕、帅绪仁、刘继先、梁 林、陈自斌。

本标准于 1982 年 7 月首次发布,1988 年 9 月第一次修订。

中华人民共和国国家标准

石灰石、白云石化学分析方法  
磷量的测定

GB/T 3286.6—1998

代替 GB/T 3286.8—1988

Methods for chemical analysis of  
limestone and dolomite—  
The determination of phosphorus content

### 1 范围

本标准规定了用磷钼蓝光度法测定磷量。

本标准适用于石灰石、白云石中磷量的测定,也适用于冶金石灰中磷量的测定。测定范围:磷量 0.001%~0.20%。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品的取样、制样通则 手工制样方法

### 3 方法提要

试样高温灼烧,用盐酸分解,高氯酸冒烟。在约 0.5 mol/L 的盐酸介质中,以盐酸羟胺和抗坏血酸为还原剂,将生成的磷钼杂多酸还原为磷钼蓝,于分光光度计波长 825 nm 处测量吸光度。

### 4 试剂

4.1 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。

4.2 盐酸(1+4)。

4.3 高氯酸( $\rho$  1.67 g/mL)。

4.4 氢溴酸( $\rho$  1.49 g/mL)。

4.5 盐酸羟胺溶液(40 g/L)。

4.6 抗坏血酸溶液(10 g/L)。

4.7 柠檬酸钠溶液(15 g/L)。

4.8 钼酸铵溶液(15 g/L),必要时过滤后使用。

#### 4.9 磷标准溶液

4.9.1 称取 0.439 4 g 已于 105℃干燥 2 h 并冷却至室温的磷酸二氢钾(不低于 99.9%)于 200 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 100  $\mu$ g 磷。

4.9.2 移取 50.00 mL 磷标准溶液(4.9.1)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液

国家质量技术监督局 1998-12-07 批准

1999-07-01 实施

1.00 mL含 10.0  $\mu\text{g}$  磷。

4.9.3 移取 10.00 mL 磷标准溶液(4.9.1)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液 1.00 mL含 2.0  $\mu\text{g}$  磷。

## 5 仪器

分析中,仅用通常的实验室仪器、设备。

## 6 制样

按 GB/T 2007.2 制备试样。

6.1 试样应加工至粒度小于 0.125 mm。

6.2 石灰石、白云石试样分析前在 105~110℃干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

6.3 冶金石灰试样的制备应迅速进行,制成后试样立即置于磨口瓶或塑料袋中密封,于干燥器中保存,分析前试样不进行干燥。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料量

根据试样中含磷量按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。对冶金石灰试样,应快速称取试料。

表 1

磷量, %	试料量, g	分取试液量, mL	工作曲线磷量范围, $\mu\text{g}$
0.001~0.01	1.00	20.00	2~20
>0.01~0.05	1.00	10.00	10~50
>0.05~0.20	0.50	5.00	10~50

### 7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 7.3 试料分解和试液制备

7.3.1 将试料(7.1)置于光洁的瓷坩埚中,放入炉温低于 300℃的高温炉中,逐渐升温至 950~1 000℃,并保持 30 min。取出坩埚,冷却。将灼烧后的试料小心转移至 150 mL 烧杯中,用水湿润。

7.3.2 加 10 mL 盐酸(4.1),5 mL 高氯酸(4.3),加热分解,加热蒸发至冒高氯酸白烟,继续蒸发至溶液体积约为 1 mL,冷却。试样含砷时,在加盐酸(4.1)后,加 1 mL 氢溴酸(4.4),再加高氯酸(4.3),加热蒸发。

注:加热冒烟不可蒸发至干,以免形成磷酸钙沉淀。

7.3.3 加 20 mL 水,加热溶解盐类。用中速滤纸将试液过滤于 100 mL 容量瓶中,用热水洗涤烧杯和滤纸各 4~5 次,用水稀释至刻度,混匀。

7.3.4 根据试样中含磷量,按表 1 分取试液于 50 mL 容量瓶中。

### 7.4 测定

7.4.1 补加水至 20 mL,依次加入 10 mL 盐酸(4.2),4 mL 盐酸羟胺溶液(4.5),4 mL 抗坏血酸溶液(4.6),混匀。加 5 mL 柠檬酸钠溶液(4.7),混匀。加 5 mL 钼酸铵溶液(4.8),混匀后置于沸水浴上加热 5 min,流水冷却至室温,以水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 以空白试验溶液作参比,选用适当吸收皿,于分光光度计波长 825 nm 处测量显色溶液的吸光度,在工作曲线上查得相应的磷量。

### 7.5 工作曲线绘制

根据试样含磷量,按表 1 分取不同量的磷标准溶液(4.9.2 或 4.9.3)于一组 50 mL 容量瓶中,以下

按 7.4.1 操作。以试剂空白溶液作参比,于分光光度计波长 825 nm 测量吸光度。以磷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 8 分析结果的表述

按下式计算磷的质量百分数:

$$P(\%) = \frac{V \cdot m}{V_1 \cdot m} \times 100$$

式中:  $V$ ——试液总体积, mL;

$V_1$ ——分取试液体积, mL;

$m_1$ ——从工作曲线上查得的磷量, g;

$m$ ——试料量, g。

## 9 允许差

实验室内二个独立分析结果的差值和二个实验室分析结果的差值不应大于表 2 所列相应的允许差。对冶金石灰试样,不作实验室间允许差要求。

表 2

%

磷量	实验室内允许差	实验室间允许差
0.001~0.005	0.000 6	0.001 0
>0.005~0.010	0.001	0.001 5
>0.010~0.050	0.003	0.005
>0.050~0.100	0.005	0.008
>0.100~0.200	0.008	0.012