



中华人民共和国国家标准

GB/T 1515—2002
代替 GB/T 1515—1979

锰矿石 磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法

Manganese ores—Determination of phosphorus content—
Phosphomolybdenum blue spectrophotometric method

2002-09-11 发布

2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

在《锰矿石》总标题下包括若干独立部分,本部分是其中的一部分。

本部分与 GB/T 1515—1979 的主要变化如下:

增加了难溶试样的处理方法。

按磷的不同含量分别选择测量波长,测定下限(质量分数)由 0.02% 扩展至 0.010%。

——减少了抗坏血酸的用量。

本部分自实施之日起,代替 GB/T 1515—1979《锰矿石中磷量的测定(磷钼蓝吸光光度法)》。

本部分由原国家冶金工业局提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:桂林矿产地质研究院。

本部分主要起草人:靳晓珠、杨仲平。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

—— GB/T 1515—1979。

锰矿石 磷含量的测定

磷钼蓝分光光度法

警告 使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

本部分规定了用磷钼蓝分光光度法测定磷含量的原理、试剂和材料、仪器、取制样、分析步骤、结果计算等。

本部分适用于锰矿石和锰精矿中磷含量的测定,测定范围(质量分数):0.010%~1.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 2011 散装锰矿石取样、制样方法

GB/T 14949.8—1994 锰矿石化学分析方法 湿存水量的测定

3 原理

试料用盐酸、氢氟酸、硫酸分解,残渣用碳酸钠熔融,用碘化钾将五价砷还原为三价砷,磷(V)与钼酸铵形成磷钼杂多酸,用抗坏血酸还原后形成磷钼蓝,测量吸光度,计算磷含量。

4 试剂和材料

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与其纯度相当的水。

- 4.1 无水碳酸钠。
- 4.2 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。
- 4.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.4 盐酸(1+50)。
- 4.5 硫酸(1+1)。
- 4.6 硫酸(1+3)。
- 4.7 碘化钾溶液(200 g/L)。
- 4.8 抗坏血酸溶液(10 g/L),使用时配制。
- 4.9 钼酸铵溶液(40 g/L)。
- 4.10 磷标准溶液
 - 4.10.1 称取 0.439 4 g 预先在 105℃~110℃干燥 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的基准磷酸二氢钾溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含磷 100 μ g。
 - 4.10.2 移取 100.00 mL 磷标准溶液(4.10.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含磷 10 μ g。

5 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

6 取制样

按照 GB/T 2011 规定进行取制样,试样应通过 0.080 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料量

按表 1 称取风干试料,精确至 0.000 1 g。

同时称取风干试料,按 GB/T 14949.8-1994 测定湿存水含量。

表 1

磷含量(质量分数)/%	试料量/g
0.010~0.10	0.50
>0.10~1.00	0.20

7.2 空白试验

随同试料进行空白试验

7.3 测定

7.3.1 试样的分解

7.3.1.1 将试料(7.1)置于聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.3),5 mL 氢氟酸(4.2)和 5 mL 硫酸(4.5),加盖于低温加热溶解,待试样分解后,移去杯盖,继续蒸发至冒三氧化硫白烟 5 min~10 min,取下,冷却,加入 10 mL 水,加热溶解盐类。此时,若有不溶物,则按 7.3.1.2 进行,若无不溶物,则按 7.3.1.3 进行。

7.3.1.2 用加有少量纸浆的中速滤纸过滤,沉淀用热盐酸(4.4)和热水各洗 4 次~5 次,滤液及洗液收集于 100 mL 烧杯中,留作主液。

将滤纸连同残渣转至铂坩埚中,低温碳化,灰化,于 500℃~600℃灼烧,加入 1 g~2 g 无水碳酸钠(4.1),于 900℃~950℃熔融至清亮,冷却,将坩埚放入主液中加热浸取,用水洗出坩埚,加入 1.5 mL 硫酸(4.5),将溶液浓缩至 10 mL~15 mL。

7.3.1.3 加入 5 mL 碘化钾溶液(4.7),加热至微沸,冷却后将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,用快速滤纸干过滤(滤液不宜放置太久,以免三价砷重新被氧化为五价砷)。

7.3.2 显色和测量

7.3.2.1 按表 2 分取滤液于 50 mL 容量瓶中,加入 5.5 mL 硫酸(4.6),加入 5 mL 抗坏血酸溶液(4.8),混匀,沿瓶壁加水至约 40 mL,在不断摇动下加入 4.0 mL 钼酸铵溶液(4.9),用水冲洗瓶颈,混匀,置于沸水浴中加热 5 min,取下,流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀,在分光光度计上,用 1 cm 吸收皿,以水为参比,测量吸光度,从校准曲线上查出相应的磷量。

7.3.2.2 测量波长的选择 磷含量(质量分数) $\leq 0.04\%$ 时,使用 825 nm,磷含量(质量分数) $> 0.04\%$ 时,使用 700 nm。

表 2

磷含量(质量分数)/%	分取溶液/mL
0.010~0.20	20.00
>0.20~0.50	10.00
>0.50~1.00	5.00

7.3.3 校准曲线的绘制

7.3.3.1 分别移取 0 mL, 2.00 mL, 4.00 mL, 6.00 mL, 8.00 mL, 10.00 mL 磷标准溶液(4.10.2)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 6.5 mL 硫酸(4.6),以下按 7.3.2.1 从加入 5 mL 抗坏血酸溶液起进行显色,于 700 nm 处测量吸光度并绘制校准曲线。

7.3.3.2 分别移取 0 mL, 0.50 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 3.00 mL, 4.00 mL 磷标准溶液(4.10.2)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 6.5 mL 硫酸(4.6),以下按 7.3.2.1 从加入 5 mL 抗坏血酸溶液起进行显色,于 825 nm 处测量吸光度并绘制校准曲线。

8 结果计算

按式(1)计算试样中的磷含量(质量分数):

$$w(\text{P})(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot \gamma} \times 100 \times \frac{100}{100 - A} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得的磷量,单位为微克(μg);

m_0 ——试料量,单位为克(g);

γ ——试液分取比;

A ——试样中湿存水的质量分数。

9 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 允许差

磷含量(质量分数)	允许差
0.010~0.030	0.001
>0.030~0.050	0.008
>0.050~0.100	0.012
>0.10~0.50	0.02
>0.50~1.00	0.03

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本标准规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。