

### 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

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  
锑钼蓝分光光度法  
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](http://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 定价 14.00 元

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

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

## 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 °C 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 °C~800 °C 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

## 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 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。