



# 中华人民共和国国家标准

GB 6730.20—86

---

## 铁矿石化学分析方法 容量法测定磷量

Methods for the chemical analysis of iron ores  
The volumetric method for the determination  
of phosphorus content

1986-08-19 发布

1987-08-01 实施

---

国家标准局 发布

中华人民共和国国家标准

# 铁矿石化学分析方法 容量法测定磷量

UDC 622.341.1  
:543.06

GB 6730·20—86

Methods for the chemical analysis of iron ores  
The volumetric method for the determination  
of phosphorus content

代替 GB 1369—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中磷量的测定。测定范围：0.030～3.000%。  
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

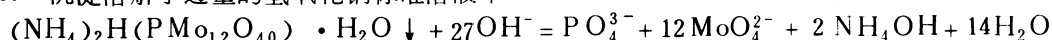
试样用盐酸、硝酸、高氯酸分解，过滤；残渣用氢氟酸除硅、碳酸钠熔融，用稀盐酸浸取后，加三氯化铁，用氢氧化铵沉淀回收磷。在含有适量硝酸和硝酸铵的条件下，加钼酸铵使生成磷钼酸铵沉淀。此沉淀溶于过量的氢氧化钠标准溶液中，过剩的氢氧化钠用硝酸标准溶液滴定，借此测定磷量。

原理：

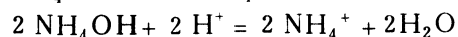
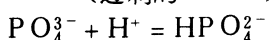
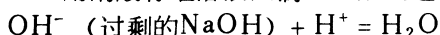
### a. 磷钼酸铵沉淀生成



### b. 沉淀溶解于过量的氢氧化钠标准溶液中



### c. 用硝酸标准溶液回滴至酚酞刚退色（约pH8）



### d. 氢氧化钠物质的量与磷物质的量的关系

溶解沉淀时，1 mol 沉淀消耗27 mol 氢氧化钠，用硝酸回滴至约pH8时，1 mol 沉淀需要消耗3 mol 硝酸，所以在分析全过程中，1 mol 沉淀相当于24 mol 氢氧化钠。

1 mol 氢氧化钠相当于1/24 mol 磷。

## 2 试剂

- 2.1 碳酸钠（无水）。
- 2.2 盐酸（ $\rho$  1.19g/ml）。
- 2.3 盐酸（1 + 4）。
- 2.4 盐酸（5 + 95）。
- 2.5 硝酸（ $\rho$  1.42g/ml）。
- 2.6 硝酸（2 + 100）。
- 2.7 高氯酸（ $\rho$  1.67g/ml）。
- 2.8 高氯酸（1 + 4）。
- 2.9 氢氟酸（ $\rho$  1.15g/ml）。
- 2.10 氢氧化铵（ $\rho$  0.90g/ml）。

- 2.11 硝酸银溶液 (1%)。
- 2.12 碳酸钠溶液 (1%)。
- 2.13 氢溴酸 (40%)。
- 2.14 过氧化氢 (1 + 9)。
- 2.15 邻苯二甲酸氢钾 (基准试剂)。
- 2.16 硝酸铵溶液 (30%)。
- 2.17 三氯化铁溶液 (含铁0.3%)：称取0.3g纯铁，加15ml 盐酸 (2.2)溶解，加数滴硝酸 (2.5)使铁氧化，煮沸，冷却，用水稀释至100ml。
- 2.18 高氯酸亚铁溶液：称取1g纯铁 (或还原铁粉)，加20ml 高氯酸 (2.8)，低温加热溶解 (如有少量残渣，用中速滤纸过滤，水洗)，冷却至室温，移入100ml 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀 (亚铁实际浓度应不低于0.97%)。
- 2.19 钼酸铵溶液：称取40g 结晶钼酸铵  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于300ml 温水和80ml 氢氧化铵 (2.10) 中，冷却，在搅拌下分数次徐徐倾入600ml 硝酸 (1 + 1) 中。
- 2.20 去二氧化碳水：将水煮沸15min，冷却，用适当方法防止再吸收二氧化碳。
- 2.21 甲基红溶液 (0.2%)：溶解0.2g 甲基红于90ml 乙醇中，以水稀释至100ml，混匀。
- 2.22 酚酞溶液 (0.5%)：溶解0.5g 酚酞于90ml 乙醇中，用水稀释至100ml，混匀。
- 2.23 氢氧化钠标准溶液  $C(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/l}$
- 2.23.1 配制：4g 氢氧化钠溶于1000ml 新煮沸并冷却的水中混匀，贮于附有吸收二氧化碳和水分装置的干塑料瓶中。
- 2.23.2 标定：称取0.5000g 预先于105~110℃ 烘干1h的邻苯二甲酸氢钾，加100ml 新煮沸冷却后的水，加3~4 滴酚酞溶液 (0.5%)，用氢氧化钠标准溶液滴定至浅红色。氢氧化钠标准溶液的浓度按式 (1) 计算：

$$C_1 = \frac{m}{0.2042 \times V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：  $C_1$ ——氢氧化钠标准溶液的浓度，mol/l；

$m$ ——称取邻苯二甲酸氢钾的质量，g；

$V$ ——标定所消耗氢氧化钠标准溶液体积，ml；

0.2042——1 ml 氢氧化钠标准溶液 [ $C(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/l}$ ] 相当于邻苯二甲酸氢钾的质量，g。

2.24 硝酸标准溶液  $C(\text{HNO}_3) = 0.1\text{mol/l}$

2.24.1 配制：取6.5ml 硝酸，用水稀释至1000ml，混匀。

2.24.2 标定：取20.00 ml 氢氧化钠标准溶液，用新煮沸冷却后的水稀释至100ml，加3~4 滴酚酞溶液 (2.22)，以硝酸标准溶液滴定至无色，计算硝酸标准溶液的浓度，同时标定三份，取平均值。

### 3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100 $\mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，粒度应小于160 $\mu\text{m}$ 。

3.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

### 4 分析步骤

#### 4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

#### 4.2 试样量

按表1称取试样。