

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 514.8—2009
代替 YS/T 514.3—2006

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

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

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。

高钛渣、金红石化学分析方法

第8部分：磷量的测定

铈钼蓝分光光度法

1 范围

YS/T 514 的本部分规定了高钛渣、金红石中磷量的测定。

本部分适用于高钛渣、金红石中磷量的测定。测定范围：0.001%~0.100%。

本部分适用于含硅、砷量不大于 3 mg 试液中磷的测定。

2 方法提要

试料用氢氧化钠-过氧化钠熔融，热水浸取并分离除去钛、铁等杂质元素。在 0.6 mol/L 的硫酸介质中，磷与铈、钼生成蓝色的三元缔合物，于分光光度计波长 710 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

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去离子水或相当纯度的水。

3.1 氢氧化钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 无水乙醇。

3.4 硫酸(1+5)，由优级纯硫酸配制。

3.5 酚酞(1 g/L)，用乙醇配制。

3.6 硫酸-钼酸铵溶液：称取 18.00 g 钼酸铵于 100 mL 水中加热溶解完全，冷却稀释至 500 mL，然后加入硫酸(ρ 约 1.84 g/mL)100 mL，混匀。

3.7 酒石酸铈钾-酒石酸溶液：称取 0.3 g 酒石酸铈钾，20 g 酒石酸，加 20 mL 乙醇(3.3)，加 100 mL 水使其完全溶解，稀释至 600 mL，摇匀。

3.8 抗坏血酸溶液：20 g/L，用时现配。

3.9 混合显色溶液：取硫酸-钼酸铵溶液(3.6)、酒石酸铈钾-酒石酸溶液(3.7)、抗坏血酸溶液(3.8)按 1:1:1 的比例混合摇匀，用时现配制。

3.10 磷标准贮存溶液：称取 4.393 7 g 基准试剂磷酸二氢钾(预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h，并置于干燥器中冷却至室温)，置于 200 mL 烧杯中，加水溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 磷。

3.11 磷标准溶液：移取 10.00 mL 磷标准贮存溶液(3.10)，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 磷。

4 仪器

可见光分光光度计

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 90 μm 。

5.2 试样需预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h，置于干燥器中冷却至室温。