



中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.9—2010
代替 GB/T 18114.9—2000

稀土精矿化学分析方法 第 9 部分：五氧化二磷量的测定 磷铋钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of rare earth concentrates—
Part 9: Determination of phosphorus pentoxide content—
Phosphorus-bismuth-molybdenum blue spectrophotometry

2011-01-14 发布

2011-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 18114《稀土精矿化学分析方法》共分 11 个部分：

- 第 1 部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：氧化钪量的测定；
- 第 3 部分：氧化钙量的测定；
- 第 4 部分：氧化铈、氧化镨、氧化钬量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 5 部分：氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅量的测定；
- 第 7 部分：氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 8 部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 9 部分：五氧化二磷量的测定 磷钼钼蓝分光光度法；
- 第 10 部分：水分的测定 重量法；
- 第 11 部分：氟量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 9 部分。

本部分是对 GB/T 18114.9—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化磷量的测定》的修订。

本部分与 GB/T 18114.9—2000 相比，主要有如下变动：

- 测定范围由 15.00%~30.00% 调整为 0.20%~30.00%；
- 显色波长由 440 nm 调整为 710 nm；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由包头稀土研究院负责起草。

本部分由湖南稀土金属材料研究院、赣州虔东稀土集团股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：高励珍、郝茜、王安丽。

本部分参加起草人：刘荣丽、崔益新、王素玲、姚南红、陈婕、朱霓。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18114.9—2000

稀土精矿化学分析方法
第 9 部分：五氧化二磷量的测定
磷铋钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 18114 的本部分规定了稀土精矿中五氧化二磷量的测定方法。
本部分适用于稀土精矿中五氧化二磷量的测定。测定范围：0.20%~30.00%。

2 方法原理

试料经碱熔融后，热水浸取，硝酸酸化，在 1 mol/L 硝酸酸度下，以乙醇为稳定剂，铋盐催化形成磷铋钼三元杂多酸，抗坏血酸还原，在波长 710 nm 处测定。

3 试剂

- 3.1 氢氧化钠。
- 3.2 过氧化钠。
- 3.3 硝酸铋。
- 3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.5 硝酸溶液(10 mol/L)：移取 625 mL 硝酸(3.4)，用水稀释至 1 000 mL，混匀。
- 3.6 硝酸溶液(1+3)。
- 3.7 氢氧化钠溶液(50 g/L)，贮于塑料瓶中。
- 3.8 过氧化氢(30%)。
- 3.9 硝酸铋-硝酸混合溶液(10 g/L)：称取 5 g 硝酸铋(3.3)，用硝酸(3.5)稀释至 500 mL，混匀。
- 3.10 抗坏血酸(50 g/L)，现用现配。
- 3.11 95%乙醇。
- 3.12 钼酸铵溶液(50 g/L)。
- 3.13 五氧化二磷标准贮存溶液：称取 1.917 0 g(预先经 105 °C~110 °C 烘干 1 h)的优级纯磷酸二氢钾于 250 mL 烧杯中，加水溶解，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 mg 五氧化二磷。
- 3.14 五氧化二磷标准溶液：分取 10.00 mL 五氧化二磷标准贮存溶液(3.13)于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μ g 五氧化二磷。
- 3.15 对硝基酚指示剂(10 g/L)。

4 试样

- 4.1 试料的粒度应研磨至通过 0.074 mm 筛。
- 4.2 试料经 105 °C~110 °C 干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

根据五氧化二磷的质量分数，按表 1 称取试样(4)，精确至 0.000 1 g。

表 1

五氧化二磷量质量分数/%	试料/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL	比色皿/cm
0.20~1.00	0.4	200	10.0	2
>1.00~5.00	0.1	250	10.0	2
>5.00~10.00	0.1	250	5.0	1
>10.00~30.00	0.1	200	2.0	1

5.2 测定次数

称取两份试料(5.1)进行平行测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料(5.1)做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于盛有 4 g 氢氧化钠[(3.1)预先烘去水分]的刚玉坩埚中,覆盖 2 g 过氧化钠(3.2),于电炉上加热烘去水分,置于 750 ℃高温炉中熔融 10 min~15 min,取出冷却至室温。

5.4.2 将刚玉坩埚置于盛有 100 mL 水和 15 mL 硝酸(3.4)的 250 mL 烧杯中,于电炉上加热浸取熔融物,用水洗出坩埚,加入 1 mL 过氧化氢(3.8),加热煮沸使溶液清亮,取下,冷却至室温后移入容量瓶中(见表 1),用水稀释至刻度,混匀。

5.4.3 按表 1 分取适量体积溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 1 滴对硝基酚指示剂(3.15),用氢氧化钠(3.7)调至溶液出现黄色,用硝酸(3.6)调至溶液黄色刚消失。

5.4.4 用水稀释至近 30 mL,加入 10 mL 硝酸铋-硝酸混合溶液(3.9),混匀,加入 2 mL 抗坏血酸(3.10),混匀,用水吹洗容量瓶口,加入 10 mL 乙醇(3.11),混匀,边摇边慢慢加入 5 mL 钼酸铵(3.12),立即边摇边稀释至刻度,混匀。以空白试液为参比,10 min 后于分光光度计上波长 710 nm 处,用相应吸收皿(见表 1)测其吸光度,从工作曲线上查得五氧化二磷含量。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 工作曲线(2 cm 吸收皿,五氧化二磷含量 0.20%~5.00%):分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 五氧化二磷标准溶液(3.14),置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 1 滴对硝基酚指示剂(3.15),用氢氧化钠(3.7)调至溶液出现黄色,用硝酸(3.6)调至溶液黄色刚消失,以下按 5.4.4 进行。

5.5.2 工作曲线(1 cm 吸收皿,五氧化二磷含量 >5.00%~30.00%):分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL 五氧化二磷标准溶液(3.14),置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 1 滴对硝基酚指示剂(3.15),用氢氧化钠(3.7)调至溶液出现黄色,用硝酸(3.6)调至溶液黄色刚消失,以下按 5.4.4 进行。

5.5.3 以试剂空白为参比,于分光光度计上波长 710 nm 处用相应吸收皿测其吸光度,以五氧化二磷量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制曲线。

6 分析结果的计算与表述

按式(1)计算五氧化二磷的质量分数(%):

$$w(P_2O_5) = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m V} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得五氧化二磷的量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

7 精密度

7.1 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,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得。

表 2

五氧化二磷量质量分数/%	重复性限(r)/%
0.17	0.04
9.11	0.24
22.15	0.47
注:重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。	

7.2 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

五氧化二磷量质量分数/%	允许差/%
0.20~1.00	0.06
>1.00~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.30
>10.00~20.00	0.40
>20.00~30.00	0.50

8 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
稀土精矿化学分析方法
第 9 部分:五氧化二磷量的测定
磷钼钼蓝分光光度法
GB/T 18114.9—2010

*

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

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
2011 年 7 月第一版 2011 年 7 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-42510

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



GB/T 18114.9-2010