

ICS 73.080
D 52



中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.6—2006

代替 GB/T 5195.6—1985、GB/T 5195.7—1985

萤石 磷含量的测定

Fluorspar—Determination of phosphorus content

2006-08-16 发布

2007-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准代替 GB/T 5195.6—1985《氟石化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量》和 GB/T 5195.7—1985《氟石化学分析方法 钼蓝-罗丹明 B 分光光度法测定磷量》。

本标准是对 GB/T 5195.6—1985 和 GB/T 5195.7—1985 的修订。

本标准与 GB/T 5195.6—1985 和 GB/T 5195.7—1985 比较,主要变化如下:

- 将标题《氟石化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量》改为《萤石 磷含量的测定》;
- 增加规范性引用文件;
- 取消 GB/T 5195.7—1985;
- 本标准包括两个方法:钼蓝分光光度法,是对原标准的修订;磷钼酸铵还原分光光度法,修改采用 ISO 9438《冶金级萤石总磷含量的测定 磷钼酸铵还原分光光度法》和 ISO 6676《酸性陶瓷级萤石 总磷量测定 磷钼酸铵还原分光光度法》;
- 钼蓝分光光度法与原标准 GB/T 5195.6—1985 相比进行了如下修改:
 - a) 引用标准进行了修改;
 - b) 除基准试剂外,试剂纯度由“优级纯”全部改为“分析纯”;
 - c) 试样测定次数由“分析时应称取三份试样进行测定取平均值”改为“同一试样,应取两份试样进行测定”;
 - d) 试样部分由“试样通过 240 目筛网”改为“试样全部通过 0.063 mm”。由“试样需预先在 105℃±1℃,干燥 2 h”,改为“试样分析前应在 105℃±2℃烘 2 h”;
- 磷钼酸铵还原分光光度法与 ISO 标准比较进行了如下修改:
 - a) 将 ISO 9438 和 ISO 6676 两个标准合并为一个标准;
 - b) 将磷量计算由“以 PO_4^{3-} 表示”改为“以 P 表示”;
 - c) 引用标准进行了修改;
 - d) 将使用的原试剂“甲醇”改为“乙醇”;
 - e) 将“试样”中“全部通过 60 μm 的筛网(见 ISO 565)”改为“按 GB/T 2008 制备试样。试样全部通过 0.063 mm 的筛孔”。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:首钢技术研究院。

本标准主要起草人:宁伟光、张东生、刘卫平、张磊。

本标准历次发布情况:

- GB/T 5195.6—1985、GB/T 5195.7—1985。

萤石 磷含量的测定

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了测定萤石中磷含量方法的原理、试剂、仪器、试样、分析步骤、分析结果的计算以及允许差。

本标准包括两个方法:钼蓝分光光度法,测定范围(以 P 表示的质量分数):0.002%~0.50%;磷钼酸铵还原分光光度法,测定范围(以 P 表示的质量分数):0.001 0%~0.30%。

本标准适用于萤石中磷含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 2008 散装氟石取样、制样方法(GB/T 2008—1987,neq ISO 3081:1986)

3 钼蓝分光光度法

3.1 原理

试样用氢氟酸、高氯酸溶解,在约 1 mol/L 的盐酸介质中加入钼酸铵与磷生成磷钼杂多酸,以抗坏血酸-盐酸羟胺将磷钼杂多酸还原成磷钼蓝。于分光光度计波长为 800 nm 处测量吸光度。

3.2 试剂

除非另有说明,分析过程中仅使用确认为分析纯的试剂,蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

3.2.2 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.2.3 氢溴酸(ρ 1.38 g/mL)。

3.2.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2.5 盐酸:1+1。

3.2.6 混合还原剂:二份 5%(质量分数)的抗坏血酸与一份 5%(质量分数)的盐酸羟胺溶液混匀。当日配制。

3.2.7 钼酸铵溶液(4%),称取 4.0 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 置于烧杯中,加入适量水,加热溶解,冷却至室温,用水稀释至 100 mL。混匀,过滤。

3.2.8 磷标准溶液:1 mg/mL 磷。

将少许磷酸二氢钾(KH_2PO_4)置于烘箱中,在 105℃~110℃干燥 2 h。从烘箱中取出后,放入干燥器中冷却至室温。准确称取 4.393 7 g(精度到 0.2 mg),以水溶解,然后移入到 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度并混匀。该标准溶液 1 mL 含有 1 mg 磷。

3.2.9 磷标准溶液:10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磷。

移取 10.00 mL 磷标准溶液(3.2.8)到 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度并混匀。该标准溶液 1 mL 含有 10 μg 磷。