



中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.3—2009
代替 GB/T 6150.4—1985

钨精矿化学分析方法 磷量的测定 磷钼黄分光光度法

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates—
Determination of phosphorus content—
The phosphorus molybdenum yellow spectrophotometry

2009-10-30 发布

2010-06-01 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

GB/T 6150《钨精矿化学分析方法》分为 17 部分：

- | | | | |
|--------------|-----------|----------|---------------------------|
| GB/T 6150.1 | 钨精矿化学分析方法 | 三氧化钨量的测定 | 钨酸铵灼烧重量法 |
| GB/T 6150.2 | 钨精矿化学分析方法 | 锡量的测定 | 碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法 |
| GB/T 6150.3 | 钨精矿化学分析方法 | 磷量的测定 | 磷钼黄分光光度法 |
| GB/T 6150.4 | 钨精矿化学分析方法 | 硫量的测定 | 高频红外吸收法 |
| GB/T 6150.5 | 钨精矿化学分析方法 | 钙量的测定 | EDTA 容量法和原子吸收光谱法 |
| GB/T 6150.6 | 钨精矿化学分析方法 | 湿存水量的测定 | 重量法 |
| GB/T 6150.7 | 钨精矿化学分析方法 | 钽铌量的测定 | 等离子体发射光谱法和分光光度法 |
| GB/T 6150.8 | 钨精矿化学分析方法 | 钼量的测定 | 硫氰酸盐分光光度法 |
| GB/T 6150.9 | 钨精矿化学分析方法 | 铜量的测定 | 火焰原子吸收光谱法 |
| GB/T 6150.10 | 钨精矿化学分析方法 | 铅量的测定 | 火焰原子吸收光谱法 |
| GB/T 6150.11 | 钨精矿化学分析方法 | 锌量的测定 | 火焰原子吸收光谱法 |
| GB/T 6150.12 | 钨精矿化学分析方法 | 二氧化硅量的测定 | 硅钼蓝分光光度法和重量法 |
| GB/T 6150.13 | 钨精矿化学分析方法 | 砷量的测定 | 氢化物原子吸收光谱法和 DDTC-Ag 分光光度法 |
| GB/T 6150.14 | 钨精矿化学分析方法 | 锰量的测定 | 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法 |
| GB/T 6150.15 | 钨精矿化学分析方法 | 铋量的测定 | 火焰原子吸收光谱法 |
| GB/T 6150.16 | 钨精矿化学分析方法 | 铁量的测定 | 磺基水杨酸分光光度法 |
| GB/T 6150.17 | 钨精矿化学分析方法 | 铈量的测定 | 氢化物原子吸收光谱法 |

本部分为 GB/T 6150 的第 3 部分。

本部分代替 GB/T 6150.4—1985《钨精矿化学分析方法 钼黄光度法测定磷量》。

本部分与 GB/T 6150.4—1985 相比主要变化如下：

- 扩大了测定范围，由 0.01%~0.20% 调整为 0.005%~1.00%；
- 样品熔融温度由 650℃~700℃ 改为 700℃~750℃；
- 以硝酸钙为载体，使磷成磷酸钙沉淀与其他元素分离改为以硫酸铍为载体，使磷与氢氧化铍共沉淀与其他元素分离；
- 将坩埚置于 100 mL 容量瓶的漏斗上，盖上表面皿，分 3 次吹入热水以浸取熔融物改为将坩埚浸入盛有 50 mL 浸取液的 300 mL 塑料杯中，以水洗净坩埚；
- 比色皿由 1 cm 改为 5 cm；
- 增加了重复性限条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由赣州有色冶金研究所、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由赣州有色冶金研究所起草。

本部分由赣州华兴钨制品有限公司、江西下垄钨业有限公司参加起草。

本部分主要起草人：杨峰、刘柏禄、潘建忠。

本部分主要验证人：张倩、方宣如、许景光。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6150.4—1985。

钨精矿化学分析方法

磷量的测定

磷钼黄分光光度法

1 范围

GB/T 6150 的本部分规定了钨精矿中磷量的测定方法。

本部分适用于钨精矿中磷量的测定。测定范围:0.005%~1.00%。

2 方法提要

试料经碱熔、浸取后,在氨水溶液中,以硫酸铍为载体,使磷与氢氧化铍共沉淀与其他元素分离。在一定酸度的硝酸溶液中,以钒酸铵-钼酸铵为显色剂,于分光光度计 420 nm 处测其吸光度。

经分离后,残留的钨、砷、硅等均不影响测定。

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对纯度的水。

3.1 氢氧化钾(GR)。

3.2 氨水(ρ 约 0.90 g/mL)。

3.3 硝酸(GR, ρ 约 1.42 g/mL)。

3.4 硝酸溶液(1+1),配制时硝酸先经煮沸,赶尽二氧化氮。

3.5 硝酸溶液(1+10),配制时硝酸先经煮沸,赶尽二氧化氮。

3.6 无水乙醇。

3.7 乙二胺四乙酸二钠溶液(100 g/L)。

3.8 硫酸铍溶液(40 g/L)。

3.9 氨水洗涤液(2+98),热水配制。

3.10 钼酸铵溶液(100 g/L):称取 10 g 钼酸铵溶解于 80 mL 热水中,冷却后,用水稀释至 100 mL,混匀。

3.11 钒酸铵溶液:称取 0.3 g 钒酸铵溶解于 50 mL 热水中,加 30 mL 硝酸(3.3)、40 mL 水,混匀。

3.12 钒酸铵-钼酸铵混合液:将已冷却的钼酸铵溶液(3.10)在不断搅拌下缓缓加入已冷却的钒酸铵溶液(3.11)中,过滤后使用。用时现配。

3.13 对硝基酚乙醇溶液(2 g/L)。

3.14 EDTA-乙醇浸取液:将 50 mL 无水乙醇(3.6)和 500 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(3.7)移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.15 磷标准贮存溶液:称取 0.439 4 g 经烘干的纯磷酸二氢钾[$w(\text{KH}_2\text{PO}_4) \geq 99.95\%$],置于 250 mL 烧杯中,加入 200 mL 水溶解,用水定容于 1 000 mL 容量瓶中,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 磷。

3.16 磷标准溶液:移取 100.00 mL 磷标准贮存溶液(3.15),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 磷。

4 仪器

分光光度计。