

ICS 73.060.99

D 41

# YB

## 中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 159.4—2015

代替 YB/T 159.4—1999

### 钛精矿(岩矿) 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法

Titanium concentrate(rock minerals)—Determination of phosphorus content—The  
bismuth phosphomolybdate blue spectrophotometric method

2015-04-30 发布

2015-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

YB/T 159《钛精矿(岩矿)》分为以下 7 个部分:

- 第 1 部分 钛精矿(岩矿) 二氧化钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法;
- 第 2 部分 钛精矿(岩矿) 全铁含量的测定 三氯化钛重铬酸钾滴定法;
- 第 3 部分 钛精矿(岩矿) 氧化亚铁含量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 4 部分 钛精矿(岩矿) 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法;
- 第 5 部分 钛精矿(岩矿) 硫含量的测定 燃烧碘量法;
- 第 6 部分 钛精矿(岩矿) 氧化钙和氧化镁含量的测定 EGTA-CyDTA 滴定法;
- 第 7 部分 钛精矿(岩矿) 氧化钙和氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 YB/T 159 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YB/T 159.4—1999《钛精矿(岩矿)化学分析方法 钼磷钼蓝分光光度法测定磷含量》，与 YB/T 159.4—1999 相比，主要技术变化如下：

- 本部分增加了“警告”说明和“试验报告”要求；
- 更新了规范性引用文件；
- 修改了取样和制样的要求，规定按照 GB/T 6730.1 和 GB/T 10322.1 的要求进行制取样；
- 原理中增加了“试验过程中通过加入一定量的氢氟酸、氢溴酸，高氯酸冒烟，消除砷、硅干扰。”关于消除砷、硅干扰的说明；
- 本部分增加了“结果计算”要求及规范性附录 A。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC318)归口。

本部分起草单位：国家冶金工业铁精矿质量监督检测中心、国家钒钛制品质量监督检验中心、金属矿产资源高效循环利用国家工程研究中心。

本部分主要起草人：华绍广、徐修平、但娟、李波、朱江丽。

本部分所代替标准的历次发布情况：

- YB/T 159.4—1999。

# 钛精矿(岩矿) 磷含量的测定

## 钼磷钼蓝分光光度法

**警告**——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

本部分规定了用钼磷钼蓝分光光度法测定磷含量。

本部分适用于钛精矿(岩矿)中磷的测定,测定范围(质量分数):0.002%~0.050%。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备

GB/T 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单刻线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单刻线吸量管

### 3 原理

试料用氢氧化钠、过氧化钠熔融,以热水浸取,过滤分离钛,滤液用盐酸酸化,加氯化铁溶液,以铁作为载体,用氢氧化铵沉淀。沉淀溶于盐酸,加高氯酸,冒烟,以水溶解。

在硫酸介质中,在钼盐存在下,磷与钼酸铵生成磷钼杂多酸,继以抗坏血酸还原,生成磷钼蓝。于波长 700nm 处测量其吸光度,借此测定磷含量。

显色液中存在 20mg 二氧化钛、10mg 锰、2mg 钴、10mg 铜、50mg 铁、3mg 六价铬以下对测定无影响,但砷、硅有干扰,试验过程中通过加入一定量的氢氟酸、氢溴酸,高氯酸冒烟,消除砷、硅干扰。

### 4 试剂与材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水,符合 GB/T 6682 的规定。

4.1 氢氧化钠。

4.2 过氧化钠。

4.3 二氧化钛,光谱纯。

4.4 三氧化二铁,高纯试剂。

4.5 盐酸,ρ<sub>1</sub> 1.19g/mL。

4.6 硝酸,ρ<sub>1</sub> 1.42g/mL。

4.7 高氯酸,ρ<sub>1</sub> 1.67g/mL。

- 4.8 氢氟酸,  $\rho$ 1.15g/mL。
- 4.9 氢溴酸,  $\rho$ 1.84g/mL。
- 4.10 乙醇, 95%。
- 4.11 氢氧化钠溶液, 20g/L。
- 4.12 盐酸, 1+1。
- 4.13 盐酸, 2+98。
- 4.14 硫酸, 1+1。
- 4.15 氨水, 1+1。
- 4.16 抗坏血酸溶液, 20g/L, 用时现配。
- 4.17 氯化铁溶液。

称取高纯三氧化二铁 0.43g, 加入 15mL 盐酸(见 4.5), 加热溶解, 以水稀释至 100mL, 摇匀。此溶液 1mL 含 3mg 铁。

- 4.18 钼酸铵溶液, 30g/L。

称取 3g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中, 稀释至 100mL, 摇匀。必要时过滤。

- 4.19 硝酸铋溶液。

称取 4.00g 金属铋或称取 9.30g 硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ , 加 25mL 硝酸(见 4.6), 加热至溶解后, 加水约 100mL 煮沸驱除氮氧化物, 加 100mL 硫酸(见 4.14), 冷至室温, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 4.0mg 铋。

- 4.20 磷标准溶液

4.20.1 称取 0.2196g 预先在 105℃~110℃ 干燥至恒重并于干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) (基准试剂), 溶于水中, 加 5mL 硫酸(见 4.14) 冷却至室温, 移入 500mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀, 此溶液 1mL 含 100.0 $\mu\text{g}$  磷。

4.20.2 移取 50.00mL 磷标准溶液(见 4.20.1) 于 250mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 20.0 $\mu\text{g}$  磷。

4.20.3 移取 25.00mL 磷标准溶液(见 4.20.1) 于 250mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 10.0 $\mu\text{g}$  磷。

## 5 仪器

- 5.1 吸量管和容量瓶应符合 GB/T 12808 和 GB/T 12806 的规定。
- 5.2 银坩埚, 容积 30mL。
- 5.3 箱式电阻炉, 可调温度 500℃~1000℃。
- 5.4 分光光度计应符合 GB/T 7729 的规定。

## 6 取样和制样

### 6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取样和制样。一般试样粒度应小于 100 $\mu\text{m}$ 。如试样中化合水或易氧化物含量高时, 其粒度应小于 160 $\mu\text{m}$ 。

### 6.2 预干燥试样的制备

按照 GB/T 6730.1 在 105℃ $\pm$ 2℃ 下干燥试样。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定次数

对同一预干燥试样, 至少独立测定两次。

注:“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中, 此条件意味着同一操作者

在不同的时间或不同操作者进行重复测定,包括采用适当的再校准。

## 7.2 试料量

称取 0.50g 预干燥试样(见 6.2),精确至 0.0001g。

## 7.3 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

## 7.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

## 7.5 测定

### 7.5.1 试料的分解

将试料(见 7.2)置于预先熔有 5g 氢氧化钠(见 4.1)的银坩锅中,加 0.5g~1g 过氧化钠(见 4.2)覆盖表面,置于 650℃~700℃马弗炉中熔融 10min,取出冷却。将坩锅置于 200mL 烧杯中,加沸水 50mL,浸取,煮沸 1min,加 2mL 乙醇(见 4.10)。用热水洗出坩锅,取下冷却,以水稀释至 100mL~120mL,以慢速滤纸过滤于 300mL 烧杯中,用氢氧化钠溶液(见 4.11)洗涤烧杯 4 次~5 次、沉淀 10 次~12 次,弃去沉淀,滤液保留。

### 7.5.2 分离

将试液(见 7.5.1)加约 30mL 盐酸(见 4.12)酸化,加 10mL 氯化铁溶液(见 4.17),加热至沸取下,用氨水(见 4.15)中和至氢氧化物沉淀完全(稍有氨味后,再过量约 1.0mL),加热煮沸 1min~2min,取下静置。待沉淀沉降后,用快速滤纸过滤,用热水洗涤烧杯及沉淀各 3 次~4 次,滤液和洗涤液弃去,用热盐酸(见 4.12)将漏斗上的沉淀溶解并承接于聚四氟乙烯烧杯中,用热盐酸(见 4.13)洗净滤纸,滤纸弃去。往滤液中加入 3mL 氢氟酸(见 4.8),3mL 氢溴酸(见 4.9),加热 5min~10min 后加入 5mL 高氯酸(见 4.7),继续加热至冒高氯酸烟,取下,冷却,用水冲洗杯壁,加 1mL 氢溴酸(见 4.9),加热至冒高氯酸烟取下,冷却,用水冲洗杯壁,继续加热冒高氯酸烟至湿盐状加 4.0mL 硫酸(见 4.14),加水约 20mL,温热溶解盐类,移入 100mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

### 7.5.3 显色、测量

按表 1 分取试液,补加硫酸(见 4.14)及选择比色皿和校准曲线。分取试液 2 份,分别置于 50mL 容量瓶中,以水稀释至约 25mL。

表 1

磷含量范围 %	分取试液量 mL	补加硫酸 mL	比色皿 cm	校准曲线
0.002~0.010	25.00	1.00	2	7.6.1
>0.010~0.050	20.00	1.20	1	7.6.2

**7.5.3.1 显色溶液:**于一份试液(见 7.5.3)中加 2.5mL 硝酸铋溶液(见 4.19)(室温低于 15℃,可在水浴上热至 25℃左右),加 5.0mL 钼酸铵溶液(见 4.18)(用蒸馏水吹洗瓶壁),混匀,加 5.0mL 抗坏血酸溶液(见 4.16),混匀,用水稀释至刻度,混匀。

**7.5.3.2 参比溶液:**另一份试液(见 7.5.3)中加 5mL 抗坏血酸溶液(见 4.16),用水稀释至刻度,混匀。

**7.5.3.3** 将上述待测溶液于室温下放置 20min,将部分溶液移入比色皿中(表 1),于分光光度计波长 700nm 处,以各自参比溶液为参比,测量其吸光度,减去随同试样所做空白试验的吸光度。从校准曲线上查出相应的磷量。

## 7.6 校准曲线绘制

**7.6.1** 移取 0.00mL,0.50mL,1.00mL,2.00mL,3.00mL,4.00mL,5.00mL,6.00mL 磷标准溶液(见 4.20.3)分别置于 8 个 30mL 银坩锅中,于电炉上烤干,冷却。各加入 5g 氢氧化钠(见 4.1),在箱式电阻炉中熔化,取出,冷却,再分别加入 0.25g 二氧化钛(见 4.3)、0.20g 三氧化二铁(见 4.4),各加 0.5g~1.

0g 过氧化钠(见 4.2)覆盖表面,以下操作按 7.5.1~7.5.3.1 进行。以补偿溶液不加磷标准溶液者作参比,于分光光度计波长 700nm 处测量其吸光度,以磷量为横坐标,绘制校准曲线。

7.6.2 移取 0.00mL,2.50mL,5.00mL,7.50mL,10.00mL,12.50mL 磷标准溶液(见 4.20.2)分别置于 6 个 30mL 银坩锅中,于电炉上烤干,冷却。各加入 5g 氢氧化钠(见 4.1),在箱式电阻炉中熔化,取出,冷却,再分别加入 0.25g 二氧化钛(见 4.3)、0.20g 三氧化二铁(见 4.4),各加 0.5g~1.0g 过氧化钠(见 4.2)覆盖表面,以下操作按 7.5.1~7.5.3.1 进行。以补偿溶液不加磷标准溶液者作参比,于分光光度计波长 700nm 处测量其吸光度,以磷量为横坐标,绘制校准曲线。

## 8 结果计算

### 8.1 磷含量的计算

按式(1)计算磷含量( $w_P$ ),以质量百分数表示:

$$w_P(\%) = \frac{m_1 V}{m_0 V_1 \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $m_1$ ——从校准曲线上查得的磷量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $V$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- $m_0$ ——试料量,单位为克(g);
- $V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

### 8.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于表 2 规定的允许差,则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值大于表 2 规定的允许差,则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约,保留两位有效数字。

## 9 允许差

分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 磷含量的允许差 %(质量分数)

磷 含 量	允 许 差
0.0020~0.010	0.001
>0.010~0.020	0.002
>0.020~0.030	0.003
>0.030~0.050	0.004

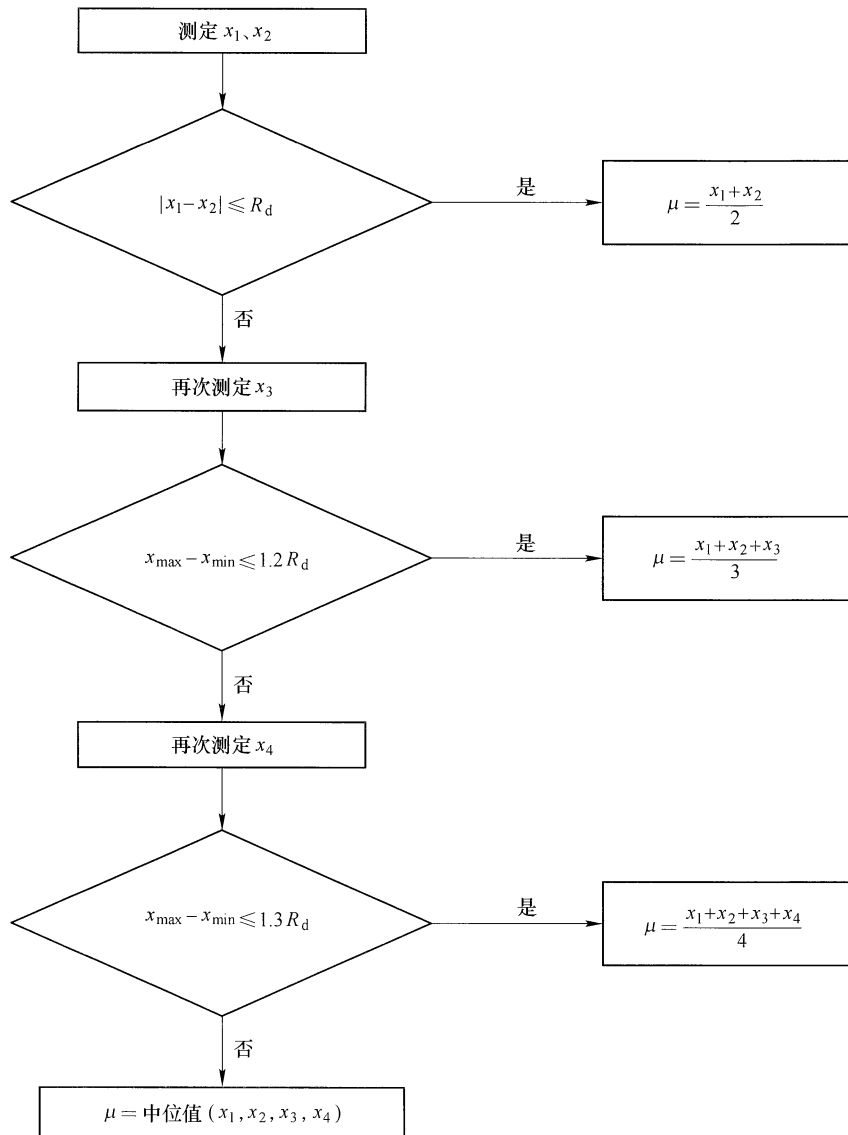
## 10 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 测试实验室名称和地址;
- b) 试验报告发布日期;
- c) 本部分的编号;
- d) 试样本身必要的详细说明;
- e) 分析结果;
- f) 标准样品名称和结果;
- g) 测定过程中存在的任何异常特性和在本部分中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A  
(规范性附录)  
试样分析值接受程序流程图

从独立的重复结果开始



注： $R_d$  即表 2 所列允许差。

图 A.1 试样分析值接受程序流程图

中华人民共和国黑色冶金  
行业标准  
钛精矿(岩矿) 磷含量的测定  
钼磷钼蓝分光光度法

YB/T 159.4—2015

\*

冶金工业出版社出版发行  
北京北河沿大街嵩祝院北巷39号  
邮政编码:100009  
北京七彩京通数码快印有限公司印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字  
2015年9月第一版 2015年9月第一次印刷

\*

统一书号:155024·0753 定价:25.00元

155024·0753



9 715502 407530 >