



www.chinatungsten.com

# APT 渣化学分析方法 磷含量的测定

(送审稿)

(本稿完成日期：2019年07月30日)



www.chinatungsten.com

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

发 布

## 前 言

T/GZNFS XXXX《APT渣化学分析方法》共分为5个部分：

- 第1部分：钨量的测定；
- 第2部分：钼量的测定；
- 第3部分：硅量的测定；
- 第4部分：磷量的测定；
- 第5部分：钙量的测定；

本部分为T/GZNFS XXXX的第4部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分由赣州市有色金属学会提出并归口。

本部分负责起草单位：赣州有色冶金研究所。

本部分参与起草单位：江西钨业控股集团有限公司、赣州华兴钨制品有限公司。

本部分主要起草人：谢玲君、张文星、陈涛、肖娟、危玲、胡夏赟。

本部分参与起草人：



www.chinatungsten.com



www.chinatungsten.com

## APT 渣化学分析方法 磷含量的测定

### 1 范围

T / GZNFS XXXX的本部分规定了APT渣中磷含量的测定方法。

本部分适用于APT渣中磷含量的测定，测定范围（质量分数）：0.10%~10.00%。

### 2 方法原理

试料经碱融、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。

### 3 试剂与材料

除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，所用水均为二级水。

- 3.1 氢氧化钾（GR）。
- 3.2 氨水（ $\rho$ 约0.90 g/mL）。
- 3.3 硝酸（GR， $\rho$ 约1.42 g/mL）。
- 3.4 硝酸溶液（1+1），配制时硝酸需煮沸，赶尽二氧化氮。
- 3.5 硝酸溶液（1+10），配制时硝酸需煮沸，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水中，冷却，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：将钼酸铵溶液（3.10）在不断搅拌下缓缓加入钒酸铵溶液（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4.394 3 g磷酸二氢钾 $[w(\text{KH}_2\text{PO}_4)\geq 99.95\%$ ，经105℃~110℃烘干1 h]，置于250 mL烧杯中，加入200 mL水溶解至清亮，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 000  $\mu\text{g}$ 磷。
- 3.16 磷标准溶液：移取5.00 mL磷标准贮存溶液（3.15），置于250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含20  $\mu\text{g}$ 磷。

### 4 仪器设备

4.1 分析天平：感量0.000 1 g。

4.2 分光光度计。

## 5 试样

5.1 试样应通过0.074 mm筛。

5.2 试样预先在105 ℃~110 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表 1 称取试样，精确到 0.000 1 g。

表 1

质量分数/%	试料/g	定容体积/mL	分取试液的体积/mL
0.10~2.00	0.20	200	10.00
>2.00~5.00	0.10	200	5.00
>5.00~10.00	0.10	200	2.00

### 6.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

### 6.3 空白试验

随同试料（6.1）进行空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料（6.1）置于 30 mL 镍坩埚中[内盛预先脱水的 3 g 氢氧化钾（3.1）]，再用 1 g 氢氧化钾（3.1）覆盖试料，在电炉上加热除去水分，于 700 ℃~750 ℃熔融至樱红并保持 5 min，取出稍冷。

6.4.2 将坩埚浸入盛有 100 mL 浸取液（3.14）的 300 mL 塑料烧杯中，以水洗净坩埚，冷却后移入 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，立刻倒回原塑料杯，干滤。

注：锰含量高时可酌情补加无水乙醇至锰的颜色褪去。

6.4.3 按表 1 移取清液（6.4.2），置于 250 mL 烧杯中，加入 1~2 滴对硝基酚乙醇溶液（3.13），加入 5 mL EDTA 溶液（3.7），混匀，用硝酸溶液（3.4）中和至无色，加入 5 mL 硫酸铍溶液（3.8），加热至近沸，取下，不断搅拌下加入氨水（3.2）至沉淀出现并过量 10 mL，加热至近沸，取下稍冷。

6.4.4 用中速定量滤纸过滤，以氨水洗涤液（3.9）洗烧杯 2 次，洗沉淀 7~8 次。

6.4.5 用热的硝酸溶液（3.5）将沉淀溶解过滤于 50 mL 比色管中，并以此硝酸洗净烧杯 2 次及滤纸 8~10 次，冷却，以硝酸（3.5）稀释至刻度，混匀，加入 10 mL 钒酸铵-钼酸铵混合液（3.12），混匀，放置 30 min。

6.4.6 将部分试液（6.4.5）移入 5 cm 比色皿中，以随同试料空白为参比，于分光光度计波长 420 nm 处测量吸光度，从工作曲线上查出相应的磷含量。

### 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 磷标准溶液（3.16），置于一组 50 mL 比色管中，加入 8 mL 硝酸溶液（3.4），以水稀释至刻度，混匀。加入 10 mL 钒酸铵-钼酸铵混合液（3.12）混匀，放置 30 min。

6.5.2 将部分溶液移入 5 cm 比色皿中,以随同试料空白溶液为参比,于分光光度计波长 420 nm 处测量试料溶液的吸光度,以磷量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

磷含量以磷的质量分数  $w(P)$  计,数值以%表示,按下式计算:

$$w(P) = \frac{m_1 V_0}{m_0 V_1 \times 10^6} \times 100$$

式中:

$m_1$  ——从工作曲线上查得的磷含量,单位为微克 ( $\mu\text{g}$ );

$V_0$  ——试液总体积,单位为毫升 (mL);

$V_1$  ——分取试液体积,单位为毫升 (mL);

$m_0$  ——试料的质量,单位为克 (g)。

## 8 精密度

### 8.1 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

质量分数/%	重复性限 ( $r$ ) /%
0.35	0.04
2.66	0.12
6.15	0.17

注:重复性限 ( $r$ ) 为  $2.8 \times S_r$ ,  $S_r$  为重复性标准差。

### 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 3 所列允许差。

表 3

质量分数/%	允许差/%
0.10~0.30	0.05
>0.30~1.00	0.06
>1.00~2.00	0.10
>2.00~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.30

## 9 质量保证和控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每月至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

