



中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.6—2017
代替 GB/T 5195.6—2006

萤石 磷含量的测定 分光光度法

Fluorspar—Determination of phosphorus content—
Photometric method

2017-10-14 发布

2018-07-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
萤石 磷含量的测定 分光光度法

GB/T 5195.6—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年10月第一版

*

书号: 155066·1-57751

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 5195 分为 16 个部分：

- 第 1 部分：萤石 氟化钙含量的测定 EDTA 滴定法和蒸馏-电位滴定法；
- 第 2 部分：萤石 碳酸盐含量的测定；
- 第 3 部分：萤石 105 °C 质损量的测定 重量法；
- 第 4 部分：萤石 硫化物含量的测定 碘量法；
- 第 5 部分：萤石 总硫含量的测定 管式炉燃烧-碘酸钾滴定法；
- 第 6 部分：萤石 磷含量的测定 分光光度法；
- 第 7 部分：萤石 锌含量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：萤石 二氧化硅含量的测定；
- 第 9 部分：萤石 灼烧减量的测定 重量法；
- 第 10 部分：萤石 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 11 部分：萤石 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法；
- 第 12 部分：萤石 砷含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 13 部分：萤石 铝含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 14 部分：萤石 镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：萤石 钙、铝、硅、磷、硫、钾、铁、钡、铅含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法；
- 第 16 部分：萤石 硅、铝、铁、钾、镁和钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 5195 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 5195.6—2006《萤石 磷含量的测定》。本部分与 GB/T 5195.6—2006 相比，主要技术变化如下：

- 将氢溴酸改为选择性添加，以减少剧毒药品的使用(见 3.5.4.1, 2006 年版的 3.5.4.1)；
- 将熔融温度从 900 °C 改为 900 °C~950 °C，使熔融条件更宽松(见 4.5.4.1, 2006 年版的 4.5.4.1)；
- 增加了确定分析结果的流程与数值修约规则(见 4.6.2)。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本部分起草单位：首钢总公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：张健、宋鹏心、杨志强、刘卫平、张磊、吴梅、冉琼、陈华、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5195.6—1985、GB/T 5195.6—2006；
- GB/T 5195.7—1985。

萤石 磷含量的测定 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

GB/T 5195 的本部分规定了用磷钼蓝分光光度法和钼蓝萃取分光光度法测定磷含量的方法。

本部分适用于萤石中磷含量的测定。磷钼蓝分光光度法测定范围(质量分数)为:0.002%~0.50%;钼蓝萃取分光光度法测定范围(质量分数)为:0.001%~0.30%。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 22564 萤石 取样和制样

3 磷钼蓝分光光度法

3.1 原理

试料用氢氟酸、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 800 nm 处测量吸光度。

3.2 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级以上蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 氢氟酸, $\rho=1.13$ g/mL。

3.2.2 高氯酸, $\rho=1.67$ g/mL。

3.2.3 氢溴酸, $\rho=1.38$ g/mL。

3.2.4 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL。

3.2.5 盐酸,1+1。

3.2.6 钼酸铵溶液,40 g/L。

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,加入适量的水,加热溶解,冷却至室温,用水稀释至 100 mL。混匀,过滤。

3.2.7 抗坏血酸溶液,50 g/L,现用现配。

3.2.8 盐酸羟胺溶液,50 g/L,现用现配。