



中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.9—2010
代替 GB/T 18114.9—2000

稀土精矿化学分析方法 第 9 部分：五氧化二磷量的测定 磷铋钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of rare earth concentrates—
Part 9: Determination of phosphorus pentoxide content—
Phosphorus-bismuth-molybdenum blue spectrophotometry

2011-01-14 发布

2011-11-01 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 18114《稀土精矿化学分析方法》共分 11 个部分：

- 第 1 部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：氧化钪量的测定；
- 第 3 部分：氧化钙量的测定；
- 第 4 部分：氧化铈、氧化镨、氧化钽量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 5 部分：氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅量的测定；
- 第 7 部分：氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 8 部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 9 部分：五氧化二磷量的测定 磷钼钼蓝分光光度法；
- 第 10 部分：水分的测定 重量法；
- 第 11 部分：氟量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 9 部分。

本部分是对 GB/T 18114.9—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化磷量的测定》的修订。

本部分与 GB/T 18114.9—2000 相比，主要有如下变动：

- 测定范围由 15.00%~30.00% 调整为 0.20%~30.00%；
- 显色波长由 440 nm 调整为 710 nm；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由包头稀土研究院负责起草。

本部分由湖南稀土金属材料研究院、赣州虔东稀土集团股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：高励珍、郝茜、王安丽。

本部分参加起草人：刘荣丽、崔益新、王素玲、姚南红、陈婕、朱霓。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18114.9—2000

稀土精矿化学分析方法

第 9 部分：五氧化二磷量的测定

磷钼钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 18114 的本部分规定了稀土精矿中五氧化二磷量的测定方法。

本部分适用于稀土精矿中五氧化二磷量的测定。测定范围：0.20%~30.00%。

2 方法原理

试料经碱熔融后，热水浸取，硝酸酸化，在 1 mol/L 硝酸酸度下，以乙醇为稳定剂，钼盐催化形成磷钼三元杂多酸，抗坏血酸还原，在波长 710 nm 处测定。

3 试剂

- 3.1 氢氧化钠。
- 3.2 过氧化钠。
- 3.3 硝酸钼。
- 3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.5 硝酸溶液(10 mol/L)：移取 625 mL 硝酸(3.4)，用水稀释至 1 000 mL，混匀。
- 3.6 硝酸溶液(1+3)。
- 3.7 氢氧化钠溶液(50 g/L)，贮于塑料瓶中。
- 3.8 过氧化氢(30%)。
- 3.9 硝酸钼-硝酸混合溶液(10 g/L)：称取 5 g 硝酸钼(3.3)，用硝酸(3.5)稀释至 500 mL，混匀。
- 3.10 抗坏血酸(50 g/L)，现用现配。
- 3.11 95%乙醇。
- 3.12 钼酸铵溶液(50 g/L)。
- 3.13 五氧化二磷标准贮存溶液：称取 1.917 0 g(预先经 105 °C~110 °C 烘干 1 h)的优级纯磷酸二氢钾于 250 mL 烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 五氧化二磷。
- 3.14 五氧化二磷标准溶液：分取 10.00 mL 五氧化二磷标准贮存溶液(3.13)于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μ g 五氧化二磷。
- 3.15 对硝基酚指示剂(10 g/L)。

4 试样

- 4.1 试料的粒度应研磨至通过 0.074 mm 筛。
- 4.2 试料经 105 °C~110 °C 干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

根据五氧化二磷的质量分数，按表 1 称取试样(4)，精确至 0.000 1 g。