**ICS 77**

**H 13**

YS

**中华人民共和国有色金属行业标准**

YS/T×××××—××××

YS/T XXXX.1—201X

铜原矿和尾矿化学分析方法

第10部分：磷含量的测定

钼兰分光光度法

Methods for chemical analysis of copper ores and tailings —

Part 10：Determination of phosphorus content—

The molybdenum blue spectrophotometry

(审定稿)

××××-××-××实施

××××-××-××发布

中华人民共和国工业和信息化部　发布

前 言

YS/T XXX《铜原矿和尾矿化学分析方法》分为14个部分：

——第1部分：铜量的测定 火焰原子吸收分光光度法；

——第2部分：铅量的测定 火焰原子吸收分光光度法；

——第3部分：锌量的测定 火焰原子吸收分光光度法；

——第4部分：镍量的测定 火焰原子吸收分光光度法；

——第5部分：钴量的测定 火焰原子吸收分光光度法；

——第6部分：镉量的测定 火焰原子吸收分光光度法；

——第7部分：锰量的测定 火焰原子吸收分光光度法；

——第8部分：镁量的测定 火焰原子吸收分光光度法；；

——第9部分：硫量的测定 高频红外吸收法和燃烧-碘酸钾滴定法；

——第10部分：磷量的测定 钼兰分光光度法；

——第11部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第12部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、镁、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第13部分：氟量的测定 离子选择电极法和离子色谱法；

——第14部分：砷量的测定 氰化物发生原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法。

本部分为YS/T XXX的第10部分。

本部分按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本部分负责起草单位：北京矿冶研究总院。

本部分起草单位：铜陵有色金属集团股份有限公司

本部分参加起草单位：鲅鱼圈出入境检验检疫局、大冶有色设计研究院有限公司、杭州富春江冶炼有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司。

本部分主要起草人：。

铜原矿和尾矿化学分析方法

第10部分 磷量的测定

 钼兰分光光度法

1 范围

本部分规定了铜原矿和尾矿中磷含量的测定方法。

本部分适用于铜原矿和尾矿中磷含量的测定，测定范围： 0.010 %～0.10%。

2摘要

 试料经盐酸、硝酸、氢氟酸溶解后，高氯酸蒸干除氟，用硫代硫酸钠掩蔽砷。

在硫酸介质中，磷（V）与钼酸铵形成磷钼杂多酸，用抗坏血酸还原后形成磷钼蓝，测量吸光度，计算磷含量。

3 主要试剂

除非另有说明，所有试剂均使用分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 氯化铵

3.2 硫代硫酸钠

3.3 氢氟酸（ρ1.14g/mL）

3.4 盐酸（ρ1.19g/mL）

3.5 硝酸（ρ1.42g/mL）

3.6高氯酸（ρ1.67 g/mL）

3.7 硫酸（1+1）

3.8 硫酸（1+8）

3.9 氨水（ρ0.91 g/mL）

3.10 氨水（1+99）

3.11 硝酸铋溶液（10g/L）：称取1g硝酸铋（Bi(NO3)3·5H2O）溶于100mL硫酸（1+8）中，若有沉淀析出，应过滤使用。

3.12钼酸铵溶液（30g/L）：称取30g钼酸铵((NH4)6Mo7O24)溶于水中，用水稀释至1L。

3.13抗坏血酸溶液（20g/L）：称取2g抗坏血酸溶于100mL水中，用时现配。

3.14 硫代硫酸钠溶液（10g/L）：称取2g硫代硫酸钠(Na2O3S2.5H2O)溶于100mL水中。

3.15 磷标准溶液

3.15.1 称取0.4394g预先在105℃～110℃干燥2h并置于干燥器中冷却至室温的基准磷酸二氢钾溶于水中，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含磷100ug。

3.15.2 移取10.00mL磷标准溶液（3.15.1）于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含磷10ug。

4 仪器和设备

 4.1 分光光度计。

4.2 聚四氟乙烯烧杯。

5分析步骤

5.1试样

5.1.1样品粒度应不大于100um。

5.1.2样品应在100℃～105℃ 烘1h 后置于干燥器中，冷至室温。

5.2空白试验

随同试料做空白实验。

5.3 试料

称取试样0.20g，精确至0.0001g。

5.4 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.5 测定

5.5.1试样的分解

将试料（5.3）置于聚四氟乙烯烧杯中，加入10mL盐酸（3.4）,10mL硝酸（3.5），盖上表面皿于低温加热溶解，待试料分解后移去表面皿，加入10mL氢氟酸（3.3）和5mL高氯酸（3.6）继续加热蒸发至近干，取下，冷却.

5.5.2试液的制备

5.5.2.1当试料中WCu＜1%时

于烧杯中加入10mL水，1mL硫酸（3.7）加热溶解盐类，冷却后将溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，用快速滤纸干过滤。

5.5.2.2当WCu＞＝1%时

于烧杯中加入20mL水，加热使可溶性盐溶解后，加入2～3g氯化铵用氨水至氢氧化铁完全沉淀，再过量5mL，加热煮沸，用快速滤纸过滤，氨水洗液(3.10)洗涤烧杯3次，洗沉淀至滤纸无铜的蓝色。将滤纸靠在原烧杯壁，用10mL热盐酸(3.4)将氢氧化铁沉淀转入到原烧杯中，用热水洗滤纸至无黄色，于电热板上加热至沉淀完全溶解，加入2 mL高氯酸继续蒸至近干，冷却，加入1mL硫酸（3.7） ，加热溶解盐类，冷却后将溶液移入100mL容量瓶中。

5.5.3显色和测量

移取25mL滤液于50mL容量瓶中，加入5mL硫酸（3.8），加入5mL硝酸铋溶液（3.11），加入2mL硫代硫酸钠溶液（3.14），每加入一种试剂都要混匀。

在不断摇动下加入5mL钼酸铵溶液（3.12）加入5mL抗坏血酸溶液（3.13），用水冲洗瓶颈并稀释至刻度，混匀，放置15min。

以水为参比，在分光光度计上，在吸收峰700nm处，用1cm吸收皿测量吸光度，减去空白溶液的吸光度，即为试液的吸光度。

5.5.3 标准曲线的绘制

分别移取0mL，1mL，2mL，3mL, 4mL,5mL磷标准溶液（3.14）于一组50mL容量瓶中，加入6mL硫酸（3.8）以下按（5.5.3）操作。

以水为参比，于分光光度计上，在吸收峰700nm处，以1cm比色皿测量吸光度，减去0mL磷标准溶液的吸光度，即为标准溶液的净吸光度。以磷的微克微横坐标，净吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

6 分析结果计算：

磷量以磷的质量分数*wp*计，数值以%表示，按公式（1）计算：

 …………………………………………(1)

式中：

m1 —从校准曲线上查得的磷量，单位为微克（ug）；

m0 —试料量，单位为克（g）；

V0 —试液总体积，单位为毫升（mL）；

V1 —分取试液体积，单位为毫升（mL）。

7 精密度试验

7.1重复性

在重复性条件下获得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）超过重复性限的情况不超过5%。重复性限（r）按表1数据采用线性内插法求得。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| /% | 0.0200 | 0.0408 | 0.0616 | 0.0774 | 0.0998 |
| *r*/% | 0.003 | 0.004 | 0.006 | 0.007 | 0.008 |

7.2再现性

在再现性条件下获得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再现性限（R）超过再现性限的情况不超过5%。再现性限（R）按表2数据采用线性内插法求得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| /% | 0.0200 | 0.0408 | 0.0616 | 0.0774 | 0.0998 |
| *R*/% | 0.005 | 0.010 | 0.015 | 0.010 | 0.008 |

 8 试验报告

本章规定试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准，YS/T XX-XX；

——使用的方法；分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察的异常现象；

——实验日期。