ICS 77.120.99
CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T ××××.9—20××

焙烧钼精矿化学分析方法
第 9 部分：磷含量的测定
钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—
Part 9：Determination of phosphorus content—
Molybdenum blue spectrophotometry

（讨论稿）

20××-××-××发布　　20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部　发布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T ××××《焙烧钼精矿化学分析方法》的第9部分。YS/T ××××已经发布了以下部分：

——第 1 部分：钼含量的测定 钼酸铅重量法；

——第 2 部分：氨不溶钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第 3 部分：铋含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 X 荧光光度法；

——第 4 部分：锡含量的测定　原子荧光光谱法；

——第 5 部分：锑含量的测定　原子荧光光谱法；

——第 6 部分：铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第 7 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第 8 部分：钙、镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第 9 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第 10 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第 11 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐萃取光度法；

——第 12 部分：碳、硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、洛阳钼业集团股份有限公司、酒泉钢铁有限责任公司。

本文件主要起草人：

引　　言

焙烧钼精矿，又名工业氧化钼、钼焙砂。焙烧钼精矿不仅是添加于合金的主要钼产品，而且是制取钼铁和生产钼酸铵的原料，属于国家战略储备物资。但国内外仍缺少焙烧钼精矿的检验标准，因此通过实验研究并建立一套完整且切实可行的焙烧钼精矿化学分析方法标准已是行业急需。本标准拟由十二部分组成。

——第 1 部分：钼含量的测定 钼酸铅重量法；

——第 2 部分：氨不溶钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第 3 部分：铋含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 X 荧光光度法；

——第 4 部分：锡含量的测定　原子荧光光谱法；

——第 5 部分：锑含量的测定　原子荧光光谱法；

——第 6 部分：铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第 7 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第 8 部分：钙、镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第 9 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第 10 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第 11 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐萃取光度法；

——第 12 部分：碳、硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法。

本标准填补了国内外在焙烧钼精矿检验领域的空白，对完善焙烧钼精矿的生产产业链，提高焙烧钼精矿的生产能力具有积极的指导意义。

焙烧钼精矿化学分析方法
第 9 部分：磷含量的测定
钼蓝分光光度法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了焙烧钼精矿中磷含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中磷含量的测定。测定范围：0.002%～0.10%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用盐酸-硝酸-氢氟酸混合酸溶解，用高氯酸冒烟赶氟，同时将偏磷酸氧化为正磷酸。在硝酸介质中，磷与钼酸铵形成磷钼黄，以正丁醇-三氯甲烷混合溶剂萃取，并用氯化亚锡将其还原为磷钼蓝，于分光光度计波长 690 nm 处测量吸光度。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 要求的实验室二级水。

5.1 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.2 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

5.3 氢氟酸（ρ=1.15 g/mL）。

5.4 高氯酸（ρ=1.67 g/mL）。

5.5 氢溴酸（ρ=1.48 g/mL）。

5.6 盐酸-氢溴酸混合酸：将两份盐酸（5.1）与一份氢溴酸（5.5）混合。

5.7 硝酸（1+1）

5.8　高锰酸钾溶液（50 g/L），分析纯。

5.9　亚硝酸钠溶液（10 g/L），分析纯。

5.10　钼酸铵溶液（100 g/L），分析纯。

5.11　正丁醇-三氯甲烷混合溶剂（1+3），分析纯。

5.12　氯化亚锡溶液（10 g/L），分析纯：称取 1 g 氯化亚锡于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸（1+1），加热溶解清亮，取下冷却，用水稀释至 100 mL，混匀。用时现配。

5.13　磷标准贮存溶液：称取预先经 105 ℃～110 ℃烘干的 0.4394 g 磷酸二氢钾于 250 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 100 mL 水，低温溶解。待溶解完全后，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 磷。

5.14　磷标准溶液：移取 10.00 mL 磷标准贮存溶液（5.13）于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 磷。

6　仪器设备

分光光度计。

7　样品

试样应粉碎并通过 0.096 mm 筛孔，并在 105 ℃～110 ℃烘至恒重。

8　试验步骤

8.1　试料

按表 1 称取样品（7），精确至 0.0001 g。

表 1　称样量及试液分取体积

磷的质量分数 %	试料量 g	试液分取体积 mL
0.002~0.010	0.50	20.00
>0.010~0.050	0.10	20.00
>0.050~0.100	0.10	10.00

8.2　测定次数

平行做两份试验，取其平均值。

8.3　空白试验

随同试料做空白试验。

8.4　测定

8.4.1　将试料（8.1）置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，用水湿润，加入 10 mL 盐酸（5.1），3 mL 硝酸（5.2），滴加 5 mL 氢氟酸（5.3），再缓慢加入 5 mL 高氯酸（5.4），加热至冒高氯酸白烟，取下冷却。用少量水冲洗杯壁，加入 5 mL 盐酸-氢溴酸混合酸（5.6），加热至冒高氯酸烟后继续蒸至近干，取下冷

却。冲洗杯壁，加入 15 mL 硝酸（5.7）加热溶解盐类，滴加高锰酸钾溶液（5.8）至红色且稳定 1 min，滴加亚硝酸钠溶液（5.9）至紫色褪去，煮沸 1 min。取下冷却至室温，用快速滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中，冲洗烧杯及漏斗各三次，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.2　按表 1 分取试液（8.4.1）于一组 125 mL 分液漏斗中。加入 3.0 mL 钼酸铵溶液（5.10），20 mL 正丁醇-三氯甲烷混合溶剂（5.11），振荡 1 min。静置分层后，将有机相放入一组干燥的 50 mL 比色管中，加入 15.00 mL 氯化亚锡溶液（5.12），震荡 30 s。

8.4.3　将部分试液（8.4.2）移入 2 cm 比色皿中，于分光光度计波长 690 nm 处，以随同试料空白实验溶液（8.3）为参比，测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的磷量。

8.5　工作曲线的绘制

8.5.1　移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 磷标准溶液（5.14），置于 100 mL 容量瓶中，补加 15 mL 硝酸（5.7），以水稀释至刻度，混匀，分别移取 20.00 mL 于一组 125 mL 分液漏斗中，以下按 8.4.2 条进行。

8.5.2　移取部分试液（8.5.1）于 2 cm 比色皿中，以系列标准溶液中零浓度溶液为参比，于分光光度计波长 690 nm 处测量其吸光度，以磷量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9　试验数据处理

磷含量以磷的质量分数 w_P 计，按公式（1）计算：

$$w_P = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V} \times 100\% \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

w_P——试料中磷元素的质量分数；

m_1——从工作曲线上查得的磷量，单位为微克（μg）；

V_0——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m_0——试料质量，单位为克（g）；

V——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

当计算结果小于 0.010%时，保留至小数点后第三位；当计算结果不小于 0.010%时，保留两位有效数，按 GB/T 8170 的规定修约。

10　精密度

10.1　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，在表 2 给出的平均值范围内，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）情况不超过 5%，重复性限（r）按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2　重复性限

w_P/%	0.006	0.017	0.043	0.084
r/%				

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 3 给出的平均值范围内，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（*R*）情况不超过 5%，再现性限（*R*）按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

w_P/%	0.006	0.017	0.043	0.084
R/%				

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——结果；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

附录 A
（资料性）
精密度试验原始数据

精密度数据由 3 家实验室对磷含量的 4 个不同水平样品进行共同试验确定。每个实验室对每个水平的磷含量在重复性条件下独立测定 11 次。测定的原始数据见表 A.1。

表 A.1　精密度试验原始数据

实验室	水平数	*w*/%（n=11）										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.0065	0.0064	0.0059	0.0061	0.0063	0.0064	0.0063	0.0062	0.0061	0.0060	0.0062
	2	0.0175	0.0181	0.0167	0.0173	0.0172	0.0176	0.0157	0.0174	0.0173	0.0169	0.0172
	3	0.0450	0.0462	0.0417	0.0450	0.0424	0.0431	0.0433	0.0436	0.0425	0.0431	0.0412
	4	0.0851	0.0854	0.0822	0.0858	0.0843	0.0819	0.0857	0.0851	0.0863	0.0841	0.0833
2	1	0.0063	0.0062	0.0066	0.0061	0.0066	0.0057	0.0061	0.0061	0.0061	0.0061	0.0064
	2	0.0432	0.0427	0.0437	0.0431	0.0439	0.0429	0.0434	0.0430	0.0432	0.0430	0.0437
	3	0.0169	0.0170	0.0174	0.0170	0.0178	0.0171	0.0170	0.0167	0.0170	0.0168	0.0174
	4	0.0839	0.0833	0.0853	0.0847	0.0850	0.0842	0.0842	0.0845	0.0841	0.0835	0.0839
3	1											
	2											
	3											
	4											