

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 254.3—2011
代替 YS/T 254.3—1994

铍精矿、绿柱石化学分析方法 第 3 部分：磷量的测定 磷钼钒酸分光光度法

Methods for chemical analysis of beryllium concentrate and beryl—
Part 3: Determination of phosphorus content—
Phosphomolybdenum vanadic acid spectrophotometry

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 254《铍精矿、绿柱石化学分析方法》分为7个部分：

- 第1部分：氧化铍量的测定 磷酸盐重量法；
- 第2部分：三氧化二铁量的测定 EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法；
- 第3部分：磷量的测定 磷钼钒酸分光光度法；
- 第4部分：氧化锂量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第5部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第6部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：水分量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 254 的第3部分。

本部分代替 YS/T 254.3—1994《铍精矿-绿柱石化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》(原 GB/T 5870.3—1986)。

本部分与 YS/T 254.3—1994 相比主要变化如下：

- 方法由“钼蓝光度法”改为“磷钼钒分光光度法”。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：新疆有色金属研究所、湖南水口山有色金属集团有限公司、湖南有色金属研究院。

本部分主要起草人：关玉珍、程宏伟、谢奕斌、李青春、刘思羽、张雪莲。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5870.3—1986、YS/T 254.3—1994。

铍精矿、绿柱石化学分析方法

第3部分：磷量的测定

磷钼钒酸分光光度法

1 范围

YS/T 254 的本部分规定了铍精矿、绿柱石中磷含量的测定方法。

本部分适用于铍精矿、绿柱石中磷的测定。测定范围为 0.010%~2.00%。

2 方法提要

试料用氢氧化钠熔融,用水浸取,在硝酸介质中,磷酸根离子与钒酸铵和钼酸铵生成可溶性的磷钼钒酸黄色络合物,于分光光度计波长 420 nm 处,测定其吸光度。

3 试剂

3.1 氢氧化钠(优级纯)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 无水乙醇。

3.4 硝酸溶液(1+1)。

3.5 硝酸溶液(1+3)。

3.6 钼酸铵溶液(100 g/L):10 g 钼酸铵溶于 80 mL 热水中,冷却后稀释到 100 mL。

3.7 钒酸铵溶液(3 g/L):0.3 g 钒酸铵溶于 50 mL 水中,加入 50 mL 硝酸溶液(3.4),冷却。

3.8 钒酸铵-钼酸铵混合溶液:将钼酸铵溶液(3.6)在不断搅拌下缓慢加入到钒酸铵溶液(3.7)中(用时现配)。

3.9 对硝基酚乙醇溶液(2 g/L)。

3.10 磷标准贮存溶液:称取 0.439 4 g 预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h 并置于干燥器中冷至室温的磷酸二氢钾[$w(\text{KH}_2\text{PO}_4) \geq 99.9\%$],置于 250 mL 烧杯中,加水溶解,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,混匀。此溶液 1 mL 相当于 200 μg 磷。

3.11 磷标准溶液:移取 20.00 mL 磷标准贮存溶液(3.10),置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 相当于 20 μg 磷。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

5.1 铍精矿、绿柱石应通过筛孔为 0.074 mm 的筛网。