



中华人民共和国国家标准

GB/T 1871.2—1995

磷矿石和磷精矿中氧化铁含量的测定 容量法和分光光度法

Phosphate rock and concentrate—Determination of iron oxide content—
Volumetric and spectrophotometric methods

1995-12-20 发布

1996-08-01 实施

国家技术监督局 发布

订单号: 0120240913725560 防伪编号: 2024-0913-0152-0388-0045 购买单位: 上海美析仪器

上海美析仪器 专用

前 言

本标准对 GB/T 1871—80《磷精矿和磷矿石中磷铁铝钙镁的分析方法》进行了修订。

前版一个标准包括了五个项目的分析方法,造成在编写上不规范,在使用中不方便,本次将其修订为五个标准,它们是:GB/T 1871.1—1995《磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法和容量法》;GB/T 1871.2—1995《磷矿石和磷精矿中氧化铁含量的测定 容量法和分光光度法》;GB/T 1871.3—1995《磷矿石和磷精矿中氧化铝含量的测定 容量法和分光光度法》;GB/T 1871.4—1995《磷矿石和磷精矿中氧化钙含量的测定 容量法》;GB/T 1871.5—1995《磷矿石和磷精矿中氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和容量法》。

本标准规定的重铬酸钾容量法非等效采用美国佛罗里达磷酸盐化学家协会(AFPC)《磷矿石分析方法》(1980年第六版)中的方法。本方法采用三氯化钛代替氯化亚锡作为还原剂,革除了AFPC中使用高汞的污染。本标准规定的磷酸铁(铝)分离-EDTA容量法非等效采用前苏联标准ГОСТ 22275—90《磷灰石精矿》中的方法,根据我国磷矿的特点,本方法先分离其他离子的干扰后再按ГОСТ的方法进行,滴定温度稍有提高;将滴定后的溶液保留,进行铁铝连测。

本标准在修订过程中,通过大量的调查研究、资料分析、试验验证,证明前版中重铬酸钾容量法和EDTA容量法仍然先进可行,所以本标准保留了前版的主要技术内容,在编写规则上按照GB/T 1.1—1993等进行。

另外,为了适应低含量氧化铁的测定以及快速准确的分析,本标准比前版增加了邻菲罗啉分光光度法,非等效采用国际标准ISO 6685—82《化工产品铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法》,根据磷矿的特点,在试样的处理上有所差异。

本标准从生效之日起代替GB/T 1871—80。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部化工矿山设计研究院归口。

本标准负责起草单位:化工部化工矿山设计研究院。

本标准参加起草单位:云南磷化学工业(集团)公司、开阳磷矿矿务局、金河磷矿、荆襄磷化学工业公司、信阳磷肥总厂等。

本标准主要起草人:王和平、王海良、赵志全。

本标准于1980年6月首次发布、1988年12月复审确认。

本标准委托化工部化工矿山设计研究院负责解释。

订单号: 0120240913725560 防伪编号: 2024-0913-0152-0388-0045 购买单位: 上海美析仪器

上海美析仪器 专用

中华人民共和国国家标准

磷矿石和磷精矿中氧化铁含量的测定 容量法和分光光度法

GB/T 1871.2—1995

Phosphate rock and concentrate—Determination of iron
oxide content—Volumetric and spectrophotometric methods

第一篇 重铬酸钾容量法

1 范围

本标准规定了重铬酸钾容量法测定氧化铁含量。
本标准适用于磷矿石和磷精矿产品中氧化铁含量大于 0.5% 的测定。

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨、使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 1871.1—1995 磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法和容量法

3 方法提要

在酸性介质中,滴加三氯化钛溶液将三价铁离子还原为二价,过量的三氯化钛进一步将钨酸钠指示液还原为“钨蓝”,使溶液呈蓝色。在有铜盐的催化下,借助水中的溶解氧,氧化过量三氯化钛,待溶液的蓝色消失后,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定,即可求出氧化铁含量。

4 试剂和溶液

本标准所用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格;所列试剂,除特殊规定外,均指分析纯试剂。

4.1 盐酸(GB/T 622)。

4.2 盐酸溶液:1+1。

4.3 硫酸(GB/T 625)溶液:1+1。

4.4 磷酸(GB/T 1282)溶液:15+85。

4.5 硫酸铜(GB/T 665)溶液:5 g/L。

4.6 三氯化钛溶液:量取 25 mL 15% 的三氯化钛溶液,加入 20 mL 盐酸(4.1),用水稀释至 100 mL,混匀,贮于棕色试剂瓶中,溶液上面加一薄层液体石蜡保护,使用期 15 天左右。

4.7 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.01500\text{ mol/L}$ 。称取 0.7355 g 预先在 120℃ 干燥至恒量的基准重铬酸钾(GB 1259),置于 250 mL 烧杯中,加水溶解后,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8 钨酸钠指示液: 25 g/L。称取 2.5 g 钨酸钠指示剂,溶解于 70 mL 水中,加入 7 mL 磷酸

国家技术监督局 1995-12-20 批准

1996-08-01 实施

(GB/T 1282),冷却后用水稀释至 100 mL,混匀,贮于棕色试剂瓶中。

4.9 二苯胺磺酸钠指示液:5 g/L。称取 0.5 g 二苯胺磺酸钠指示剂,溶解于 100 mL 水中,加入 1~2 滴硫酸,摇匀,贮于棕色试剂瓶中。

5 分析步骤

5.1 吸取 50.0 mL 由 GB/T 1871.1 第一篇 7.1.1.3 或 7.1.2.3 制备的试样溶液 A 或 B(相当于 0.2 g 试样),置于 250 mL 烧杯中。

5.2 在电热板上缓缓加热蒸发至近干,取下稍冷,加 5 mL 盐酸(4.1),再次蒸发至干,以除去硝酸根等干扰离子。取下冷却,加 10 mL 盐酸溶液(4.2)和 50 mL 水,加热使盐类溶解,冷却至室温。

注:试样溶液 A 可以不按 5.2 步骤进行,只需加入 10 mL 盐酸溶液(4.2),再按以下步骤进行。

5.3 加 10 mL 硫酸溶液(4.3),1 mL 钨酸钠指示液(4.8),在不断搅拌下,逐滴加入三氯化钛溶液(4.6),直至溶液刚好出现蓝色为止,用水冲洗烧杯内壁,并稀释至 150 mL。

5.4 加入二滴硫酸铜溶液(4.5),充分搅拌 1~2 min,待溶液的蓝色完全褪去后,立即加入 10 mL 磷酸溶液(4.4),1~2 滴二苯胺磺酸钠指示液(4.9),在不断搅拌下,立即用重铬酸钾标准滴定溶液(4.7)滴定至溶液由绿色转紫色为终点。

6 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化铁(Fe_2O_3)含量(X)按式(1)计算:

$$X = \frac{c \cdot V \times 0.07985}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m ——吸取试样溶液相当于试样的质量, g;

0.07985——与 1.00 mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氧化铁质量。

7 允许差

取两份平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差

%

氧化铁(Fe_2O_3)含量	允许差
<1.00	0.12
1.00~5.00	0.20
>5.00	0.25

第二篇 磷酸铁(铝)分离-EDTA 容量法

8 范围

本标准规定了磷酸铁(铝)分离-EDTA 容量法测定氧化铁含量。

本标准适用于磷矿石和磷精矿产品中氧化铁含量大于 1% 的测定。

9 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨、使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 1871.1—1995 磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法和容量法

10 方法提要

将试样溶液进行蒸干、脱水处理之后,在 pH5.5 的溶液中,呈磷酸铁(铝)沉淀与其他离子分离,然后在 pH1.5~1.8 的酸性溶液中,以磺基水杨酸为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定,即可求出氧化铁含量(本方法为铁铝连测)。

11 试剂和溶液

本标准所用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格;所列试剂,除特殊规定外,均指分析纯试剂。

11.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+9。

11.2 硝酸(GB/T 626)溶液:1+1。

11.3 氢氧化钠(GB/T 629)溶液:200 g/L。

11.4 氨水(GB/T 631)溶液:1+1。

11.5 磷酸氢二铵(HG/T 3—1063)溶液:50 g/L。

11.6 氯化铵(GB/T 658)溶液:10 g/L。

11.7 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH5.5):称取 150 g 乙酸铵(GB/T 1292),溶于 150 mL 水中,加入 15.5 mL 冰乙酸(GB/T 676),混匀。

11.8 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB/T 1401)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02 \text{ mol/L}$ 。配制与标定按 GB/T 601 执行。

11.9 磺基水杨酸(HG/T 3—991)指示液:100 g/L。

12 分析步骤(碱熔法或酸溶法)

12.1 吸取 25.0 mL 由 GB/T 1871.1 第一篇 7.1.1.3 或 7.1.2.3 制备的试样溶液 A 或 B(相当于 0.1 g 试样),置于 300 mL 烧杯中,在电热板上缓缓加热蒸发至干。

12.2 稍冷后,沿烧杯壁加入 25 mL 盐酸溶液(11.1),温和加热煮沸 1~2 min,加入四滴硝酸溶液(11.2),5 mL 磷酸氢二铵溶液(11.5)。投入一小块刚果红试纸,用氨水溶液(11.4)中和至试纸呈紫红色。加 10 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(11.7),用水稀释至 100~120 mL。

12.3 小心加热至开始沸腾后,稍放置澄清。用快速滤纸过滤,用热的氯化铵溶液(11.6)洗涤烧杯和滤纸各一次(滤液弃去)。用 25 mL 热盐酸溶液(11.1)分次溶解滤纸上的沉淀于原烧杯中,并淋洗原烧杯壁,再用热水充分洗涤滤纸,滤液体积控制在 70~80 mL。

12.4 滴加氢氧化钠溶液(11.3)中和溶液至刚出现浑浊,加入 5 mL 盐酸溶液(11.1),此时溶液 pH 为 1.5~1.8(亦可以用精密 pH 试纸检验)。加热至 70~80°C,加入 1.0 mL 磺基水杨酸指示液(11.9),立即用 EDTA 标准滴定溶液(11.8)滴定至溶液由紫红色转变成亮黄色或无色为终点(保留溶液,用作铝的连续测定)。

13 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化铁(Fe_2O_3)含量(X)按式(2)计算:

$$X = \frac{c \cdot V \times 0.07985}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：c——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V——EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

m——吸取试样溶液相当于试样的质量，g；

0.07985——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [c(EDTA)=1.000 mol/L] 相当的以克表示的氧化铁质量。

14 允许差

取两份平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差 %

氧化铁(Fe ₂ O ₃)含量	允许差
1.00~5.00	0.25
>5.00	0.30

第三篇 邻菲罗啉分光光度法

15 范围

本标准规定了邻菲罗啉分光光度法测定氧化铁含量。

本标准适用于磷矿石和磷精矿产品中氧化铁含量 0.1%~8% 的测定。

16 引用标准

下列标准包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨、使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721—88 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

GB/T 1871.1—1995 磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法和容量法

17 方法提要

试样溶液中的高铁用抗坏血酸还原为亚铁，在 pH4~5 时，亚铁与邻菲罗啉生成橙红色配合物，于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度，以工作曲线法求出氧化铁含量。

18 试剂和溶液

本标准所用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格；所列试剂，除特殊规定外，均指分析纯试剂。

18.1 盐酸(GB/T 622)溶液：1+1。

18.2 氨水(GB/T 631)溶液：1+1。

18.3 酒石酸(GB/T 1294)溶液：100 g/L。

18.4 抗坏血酸溶液：20 g/L(使用前配制)。

18.5 邻菲罗啉溶液：2 g/L。称取 0.2 g 邻菲罗啉(GB/T 1293)溶于 10 mL 乙醇(GB/T 679)，加入 90 mL 水混匀，保存于暗处，应使用无色溶液。

18.6 氧化铁标准溶液 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。称取 0.500 0 g 预先在 400 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧半小时并置于干燥器中冷却至室温的氧化铁(高纯试剂)于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸溶液(18.1),盖上表面皿,低温加热至溶解。冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 500 μg 氧化铁。

18.7 氧化铁标准溶液:50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。吸取 50.0 mL 氧化铁标准溶液(18.6)置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 氧化铁。

18.8 对硝基酚指示液:50 g/L 的乙醇(GB/T 679)溶液。

19 仪器

分光光度计:应符合 GB/T 9721 的规定。

20 操作步骤(碱熔法或酸溶法)

20.1 吸取 25.0 mL 由 GB/T 1871.1 第一篇 7.1.1.3 或 7.1.2.3 制备的试样溶液 A 或 B(相当于 0.1 g 试样),置于 100 mL 容量瓶中(同时做空白试验),用水稀释至刻度,摇匀,此为试样溶液 II。

20.2 按表 3 吸取试样溶液 II 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至 40 mL。

表 3 试样溶液的稀释与吸取

氧化铁含量 %	吸取试样溶液 I (A 或 B)体积 mL	试样量 g	稀释 II 容量瓶体积 mL	吸取试样溶液 II 体 积 mL
0.1~1.0	25	0.1	100	25
>1.0~4.0	25	0.1	100	10
>4.0~8.0	25	0.1	100	5

20.3 加入 4.0 mL 酒石酸溶液(18.3),一滴对硝基酚指示液(18.8),滴加氨水溶液(18.2)至溶液呈现黄色,随即滴加盐酸溶液(18.1)刚无色并过量一滴,此时溶液 $\text{pH} \approx 5$ 。加入 5.0 mL 抗坏血酸溶液(18.4),放置 5 min。加入 5.0 mL 邻菲罗啉溶液(18.5),用水稀释至刻度,摇匀。

20.4 放置 20 min 后,用 1 cm 吸收池,于分光光度计波长 510 nm 处,以空白试验溶液作参比,测量试样溶液吸光度,在工作曲线上查出相应的氧化铁量。

注:氧化铁含量小于 0.2% 时,选用 2 cm 吸收池,工作曲线应做相应调整。

21 工作曲线的绘制

量取 0.0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 mL 氧化铁标准溶液(18.7)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用水稀释至 40 mL。以下按 20.3~20.4 进行,其中以试剂空白作参比,测量吸光度。以氧化铁量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

22 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化铁(Fe_2O_3)含量(X)按式(3)计算:

$$X = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 —— 从工作曲线上查得的氧化铁量, μg ;

m —— 吸取试样溶液 II 相当于试样的质量, g。

23 允许差

取两份平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 4 所列

允许差。

表 4 允许差


%

氧化铁(Fe ₂ O ₃)含量	允许差
<1.00	0.06
1.00~5.00	0.12
>5.00	0.20

订单号: 0120240913725560 防伪编号: 2024-0913-0152-0388-0045 购买单位: 上海美析仪器

上海美析仪器 专用

上海美析仪器 专用

 **版权声明**

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
磷矿石和磷精矿中氧化铁含量的测定
容量法和分光光度法

GB/T 1871.2—1995

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

电话:(010)51299090、68522006

1996年8月第一版

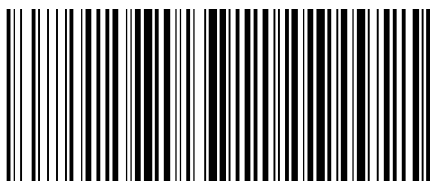
*

书号:155066·1-27102

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号:GB/T 1871.2-1995
购买者:上海美析仪器
订单号:0120240913725560
防伪号:2024-0913-0152-0388-0045
时 间:2024-09-13
定 价:29元



GB/T 1871.2—1995