

中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.9—2010
代替 GB/T 14506.9—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 9 部分：五氧化二磷量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 9: Determination of phosphorus pentoxide content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钼量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 9 部分。

本部分代替 GB/T 14506.9—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 五氧化二磷的测定》。

本部分与原部分相比，主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了警示、警告内容；
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：浙江省地质矿产研究所。

本部分主要起草人：胡勇平、郑存江、刘清辉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.9—1993。



硅酸盐岩石化学分析方法

第9部分：五氧化二磷量测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

GB/T 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中五氧化二磷量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中五氧化二磷量的测定，也适用于土壤和水系沉积物中五氧化二磷量的测定。

测定范围：磷钒钼黄光度法，0.2%~10%的五氧化二磷量。磷钒蓝光度法，0.05%~2%的五氧化二磷量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

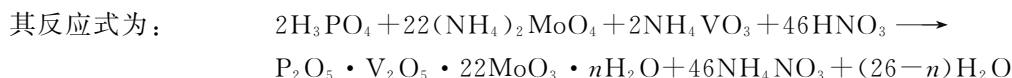
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第1部分：吸附水量测定

3 磷钒钼黄光度法

3.1 原理

试料用氢氟酸、硫酸、硝酸加热分解，制成硝酸溶液；或者分取测定二氧化硅的滤液 A，处理成硝酸溶液。在 5%~8% 的硝酸中，正磷酸盐与钒酸铵、钼酸铵生成可溶性的磷钒钼黄色络合物。在分光光度计上，波长 420 nm 处测量其吸光度，计算五氧化二磷量。



3.2 试剂

本部分除非另有说明，在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

3.2.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)：加热煮沸除去黄色的氧化氮，冷却后使用。

3.2.2 硝酸(1+3)。

3.2.3 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性，操作时应戴手套，防止皮肤接触。

3.2.4 硫酸(1+1)。警告——不当的稀释易发生危险！

3.2.5 异戊醇。

3.2.6 钒钼酸铵显色剂

a) 钼酸铵溶液(100 g/L)：称取 10 g 钼酸铵溶解于 50℃~60℃ 的 100 mL 水中。用时现配。如有浑浊过滤后使用；

b) 钒酸铵溶液(3 g/L)：称取 0.3 g 钒酸铵溶解于 50 mL 水中，加 50 mL 硝酸(3.2.2)，搅拌使其溶解后，贮于棕色瓶中；

- c) 将钼酸铵溶液[3.2.6a)]徐徐倾入钒酸铵溶液[3.2.6b)]中,边加边搅拌,再加入硝酸(3.2.1) 18 mL 搅匀。
- 3.2.7 五氧化二磷标准溶液的配制:
- a) 五氧化二磷标准溶液(0.500 0 mg/mL):
称取 0.958 6 g 预先经 110 °C 干燥 2 h 的高纯磷酸二氢钾(KH₂PO₄),置于 250 mL 烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;
- b) 五氧化二磷标准溶液(50.0 μg/mL):
分取 10 mL 五氧化二磷标准溶液[3.2.7a)],置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.3 仪器

- 3.3.1 分光光度计。
- 3.3.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

3.4 试样

- 3.4.1 试样粒径应小于 74 μm。
- 3.4.2 试样应在 105 °C 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。
- 3.4.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

3.5 分析步骤

3.5.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

3.5.2 试料量

根据五氧化二磷含量范围按表 1 称取试料量和分取试料溶液。

表 1 试料量与分取试料溶液

含量范围/ %	试料量/ g	分取试料溶液/ mL	分取滤液 A/ mL
<2	0.2		25.00
2~5	0.1	10.00	10.00
>5	0.1	5.00	5.00

注:滤液 A 为 GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液。

3.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

3.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

3.5.5 测定

3.5.5.1 试料的分解

3.5.5.1.1 碱熔法

按(3.5.2)分取分离二氧化硅后的滤液 A,置于 50 mL 烧杯中,加 5 mL 硝酸(3.2.1),加热蒸发至干,再用硝酸(3.2.1)反复处理 2 次~3 次,赶净氯离子,加 5 mL 硝酸(3.2.1),再加水至约 50 mL,加热使可溶盐溶解,移入 100 mL 容量瓶中。

3.5.5.1.2 酸溶法

将试料(3.5.2)置于铂坩埚中,以水润湿,加入 1 mL 硫酸(3.2.4)、1 mL 硝酸(3.2.1)、10 mL 氢氟酸(3.2.3)。将坩埚置于低温电热板上加热分解,蒸发至冒白烟,取下冷却,用水冲洗坩埚内壁,再加热至白烟冒尽,取下冷却,加入 1 mL 硝酸(3.2.1),加 10 mL 水,加热浸取,移入 50 mL 容量瓶中。

按(3.5.2)分取分离二氧化硅后的滤液 A,置于 100 mL 容量瓶中,补加硝酸(3.2.1)至为 5%的酸度。

3.5.5.2 校准溶液系列的配制

取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 五氧化二磷标准溶液[3.2.7b)]和 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 五氧化二磷标准溶液[3.2.7a)],置于一系列 100 mL 容量瓶中,以下按(3.5.6)分析步骤进行。

3.5.6 显色与测量

向试料溶液(3.5.5.1.1)或(3.5.5.1.2)中加入 20 mL 钒钼酸铵显色剂[3.2.6c)],用水稀释至刻度,摇匀。放置 30 min 后,在分光光度计上于波长 420 nm 处,以试剂空白为参比测量其吸光度。

3.5.7 校准曲线绘制

以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的五氧化二磷量。
注:当五氧化二磷含量<0.2%,其他有色离子较多时,可用异戊醇萃取,在有机相中测定磷的吸光度,校准溶液系列也应加异戊醇萃取。

3.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(P_2O_5)$ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算五氧化二磷量。

$$w(P_2O_5) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的五氧化二磷量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的五氧化二磷量,单位为微克(μg);
- V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g);
- V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL)。

分析结果表示至小数点后第三位。

3.7 精密度

磷钒钼黄光度法测定硅酸盐岩石中五氧化二磷量结果的精密度见表 2。

表 2 精密度 %

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
P_2O_5	0.03~0.95	$r=0.013+0.075\ 7m$	$R=0.023+0.104m$
注:本精密度数据是由 8 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			

4 磷钼蓝光度法

4.1 原理

试料经硫酸、氢氟酸分解,制成盐酸溶液,在 1.0 mol/L~1.4 mol/L 盐酸介质中,有酒石酸钾钠存在下,以乙醇作稳定剂,加入钼酸铵使磷酸根离子生成磷钼杂多酸,再用抗坏血酸将磷钼杂多酸还原为磷钼蓝。在分光光度计上,波长 700 nm 处测量其吸光度,计算五氧化二磷量。

4.2 试剂

- 4.2.1 氢氟酸($\rho 1.15\ g/mL$)。警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性,操作时应戴手套,防止皮肤接触。
- 4.2.2 硫酸(1+1)。警告——不当的稀释易发生危险!
- 4.2.3 盐酸(1+1)。
- 4.2.4 钼酸铵溶液(50 g/L):称取 5 g 钼酸铵溶解于水中,过滤,加水至 100 mL。
- 4.2.5 酒石酸钾钠溶液(400 g/L):称取 40 g 酒石酸钾钠溶解于水中,过滤,加水至 100 mL。



4.2.6 抗坏血酸溶液(50 g/L)。用时现配。

4.2.7 乙醇。

4.2.8 异戊醇。

4.2.9 五氧化二磷标准溶液的配制：

a) 五氧化二磷标准溶液(100.0 μg/mL)：

称取 0.191 7 g 预先经 105 ℃干燥的高纯磷酸二氢钾(K₂HPO₄)，置于 250 mL 烧杯中，加水溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；

b) 五氧化二磷标准溶液(10.0 μg/mL)：

分取 20.0 mL 五氧化二磷标准溶液[4.2.9a)]，置于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.3 仪器

4.3.1 分光光度计。

4.3.2 天平：三级，感量 0.1 mg。

4.4 试样

4.4.1 试样粒径应小于 74 μm。

4.4.2 试样应在 105 ℃预干燥 2 h~4 h，置于干燥器中，冷却至室温。

4.4.3 对易吸水的岩石，应取空气干燥试样，在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定，最终以干态计算结果。

4.5 分析步骤

4.5.1 测定数量

同一试料，一般应进行双份测定，或按一定比例进行双份测定。

4.5.2 试料量

根据五氧化二磷含量范围按表 3 称取试料量和分取试料溶液。

表 3 试料量与分取试料溶液

含量范围/ %	试料量/ g	分取试料溶液/ mL	分取滤液 A/ mL
<0.5	0.2		25.00
0.5~1	0.1	10.00	10.00
>1	0.1	5.00	5.00

注：滤液 A 为 GB/T 14506.3 中 3.5.5.4 或 4.5.5.4 分离二氧化硅后的滤液。

4.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶，加入同等的量。

4.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准试料。

4.5.5 测定

4.5.5.1 试料的分解

将试料(4.5.2)置于铂坩埚中，以水润湿，加入 1 mL 硫酸(4.2.2)，加 10 mL 氢氟酸(4.2.1)。置于电热板上低温加热分解，并蒸发至冒白烟，取下，冷却，用水冲洗坩埚内壁，再低温加热至硫酸烟冒尽。取下，加 2 mL 盐酸(4.2.3)及 5 mL~10 mL 水，加热提取，移入 50 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度，摇匀，放置澄清。

4.5.5.2 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL 五氧化

二磷标准溶液[4.2.9b)]和 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 五氧化二磷标准溶液[4.2.9a)], 置于一系列 100 mL 容量瓶中。加 20 mL 盐酸(4.2.3)、2 mL 酒石酸钾钠溶液(4.2.5)、10 mL 钼酸铵溶液(4.2.4)、10 mL 乙醇(4.2.7), 每加一种试剂都应摇匀。控制体积为 60 mL 左右, 置于沸水浴上加热 5 min。取下, 立即加入 10 mL 抗坏血酸溶液(4.2.6), 摇匀, 放置 5 min~10 min 后, 放入冷水中冷却, 用水稀释至刻度, 摇匀。以下按(4.5.6)分析步骤进行。

4.5.6 显色与测量

按(4.5.2)分取清液(4.5.5.1)置于 100 mL 容量瓶中, 加 20 mL 盐酸(4.2.3)、2 mL 酒石酸钾钠溶液(4.2.5)、10 mL 钼酸铵溶液(4.2.4)、10 mL 乙醇(4.2.7), 每加一种试剂后摇匀。控制体积为 60 mL 左右, 置于沸水浴上加热 5 min。取下, 立即加入 10 mL 抗坏血酸溶液(4.2.6), 摇匀, 放置 5 min~10 min 后, 放入冷水中冷却, 用水稀释至刻度, 摇匀。在分光光度计上, 以试剂空白为参比, 于 700 nm 处测量其吸光度。

注: 根据试料含磷量确定显色体积, 低含量磷可置于 50 mL 或 25 mL 比色管中显色比色, 所加试剂按比例相应减少。五氧化二磷含量<0.05%的试料, 在显色后再用 5 mL 异戊醇萃取测定, 校准溶液系列也同样加异戊醇萃取。

4.5.7 校准曲线绘制

以浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的五氧化二磷量。

4.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(P_2O_5)$ 计, 数值以 % 表示, 按式(2)计算五氧化二磷量。

$$w(P_2O_5) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的五氧化二磷量, 单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的五氧化二磷量, 单位为微克(μg);
- V ——试料溶液总体积, 单位为毫升(mL);
- m ——试料量, 单位为克(g);
- V_1 ——分取试料溶液体积, 单位为毫升(mL)。

分析结果表示至小数点后第三位。

4.7 精密度

磷钼蓝光度法测定硅酸盐岩石中五氧化二磷量结果的精密度见表 4。

表 4 精密度 %

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
P_2O_5	0.03~0.95	$r=0.015+0.048\ 2m$	$R=0.030+0.046\ 6m$
注: 本精密度数据是由 8 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			

参 考 文 献

- [1] GB/T 14506.3 硅酸盐岩石化学分析方法 第3部分:二氧化硅量测定
-



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硅酸盐岩石化学分析方法
第 9 部分:五氧化二磷量测定
GB/T 14506.9—2010

*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

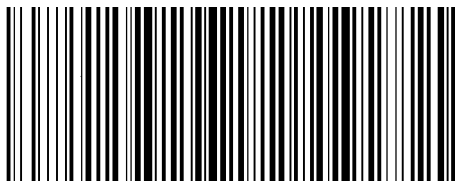
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷



*

书号: 155066 · 1-40953

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 14506.9—2010