

ICS 73.080  
D 51



# 中华人民共和国国家标准

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

Phosphate rock and concentrate—Determination of aluminium 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: 0120240922728528 防伪编号: 2024-0923-1136-3649-9790 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》。

本标准规定的偏铝酸盐分离-EDTA 容量法非等效采用前苏联标准 ГOCT 22275—90《磷灰石精矿》中的方法。ГOCT 采用酸溶后的试液加氢氧化钠溶液分离干扰,根据我国磷矿的特点,本方法采用强碱熔样与分离干扰同步进行;ГOCT 采用二甲酚橙指示剂与锌标准滴定溶液,经过试验验证和实际应用,本方法采用的 PAN 指示剂与铜标准滴定溶液以及氟盐取代更适合于我国磷矿的分析。

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,证明前版中偏铝酸盐分离-EDTA 容量法和磷酸铝分离-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铝的测定,本标准比前版增加了铬天青 S 分光光度法,非等效采用国际标准 ISO 4295—79《锰矿石和锰精矿 铝含量的测定 光度法》,根据磷矿的特点,在试样的处理上有所差异;在调酸度时采用指示剂代替酸度计,比 ISO 简便易行。

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: 0120240922728528 防伪编号: 2024-0923-1136-3649-9790 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铝含量的测定 容量法和分光光度法

GB/T 1871.3—1995

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

### 第一篇 偏铝酸盐分离-EDTA 容量法

#### 1 范围

本标准规定了偏铝酸盐分离-EDTA 容量法测定氧化铝含量。

本标准适用于磷矿石和磷精矿产品中氧化铝含量大于 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 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

#### 3 方法提要

试样经碱熔融,水浸取,铝呈可溶性偏铝酸盐分离后,加入过量 EDTA 溶液,在 pH4 的溶液中以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液滴定过量的 EDTA,加入氟化物置换出与铝配合的 EDTA,再用硫酸铜标准滴定溶液滴定,即可求出氧化铝含量。

#### 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 氢氧化钠(GB/T 629)。

4.2 磷酸三钠(HG/T 3—1292)。

4.3 95%乙醇(GB/T 679)。

4.4 盐酸(GB/T 622)溶液:1+9。

4.5 盐酸溶液:1+1。

4.6 硫酸铜(GB/T 665)溶液:25 g/L。

4.7 氟化钠(GB/T 1264)溶液:40 g/L。

4.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4):称取 39 g 无水乙酸钠(GB/T 694)或 65 g 乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )(GB/T 693),溶解于水中,加入 120 mL 冰乙酸(GB/T 676),用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.9 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

国家技术监督局 1995-12-20 批准

1996-08-01 实施

GB/T 601 执行。

4.10 硫酸铜标准滴定溶液： $c(\text{CuSO}_4) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.10.1 配制：

称取 5 g 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) (GB/T 665)，溶解于水中，加入 1 mL 1+4 硫酸溶液，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

4.10.2 标定：

吸取 25.0 mL EDTA 标准滴定溶液(4.9)置于 300 mL 烧杯中，加入 50 mL 水，10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.7)，加热至沸，加入 10~12 滴 PAN 指示液(4.11)，用待标定的硫酸铜溶液滴定至溶液由绿色变紫色为终点。

硫酸铜标准滴定溶液的浓度按式(1)计算：

$$c(\text{CuSO}_4) = \frac{c_1 \cdot V_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中： $c(\text{CuSO}_4)$ ——硫酸铜标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

$c_1$ ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

$V_1$ ——EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

$V$ ——硫酸铜标准滴定溶液的体积，mL。

4.11 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示液：2 g/L。称取 0.1 g PAN(HG/T 3—1008)，溶解于 50 mL 乙醇(4.3)中，混匀。

## 5 试样

试样通过 125  $\mu\text{m}$  试验筛(GB 6003)，于 105~110℃干燥 2 h 以上，置于干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

6.1 称取约 0.2 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于银(或镍)坩埚中，加入 4 g 氢氧化钠(4.1)和 2 g 磷酸三钠(4.2)。同时做空白试验。

6.2 盖上坩埚盖并留一缝隙，置于高温炉中，从低温缓慢升高温度至 650~700℃，保持 10 min。取出坩埚并转动，稍冷，置于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 沸水，浸取熔块，用热水和几滴盐酸溶液(4.4)洗净坩埚和盖。加入 5 mL 乙醇(4.3)，加热煮沸 2~5 min，冷却至室温，移入 200 mL 容量瓶中(氧化铝含量小于 1%时，移入 100 mL 容量瓶)，用水稀释至刻度，摇匀，用中速滤纸干过滤。

6.3 吸取滤液 50.0 mL，置于 300 mL 烧杯中，投入一小块刚果红试纸，用盐酸溶液(4.5)中和至试纸呈蓝紫色。

6.4 加入 15~20 mL EDTA 标准滴定溶液(4.9)、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.8)，加热煮沸 3 min，取下，用少量水冲洗杯壁，加入 6~7 滴 PAN 指示液(4.11)，先以硫酸铜溶液(4.6)滴加至近终点，再用硫酸铜标准滴定溶液(4.10)滴定至溶液呈紫色为终点(不记录用量)。

6.5 加入 10 mL 氟化钠溶液(4.7)，加热煮沸 1~2 min，补加二滴 PAN 指示液，用硫酸铜标准滴定溶液(4.10)滴定至溶液由绿色变紫色为终点(记录此次用量)。

## 7 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化铝( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )含量(X)按式(2)计算：

$$X = \frac{c \times (V - V_0) \times 0.05098}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： $c$ ——硫酸铜标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

$V$ ——加入氟化钠后硫酸铜标准滴定溶液的体积，mL；

$V_0$  ——空白试验加入氯化钠后硫酸铜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;

0.050 98 ——与 1.00 mL 硫酸铜标准滴定溶液 [ $c(\text{CuSO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的氧化铝质量。

## 8 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 %

氧化铝( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )含量	允许差
<1.00	0.15
1.00~5.00	0.25
>5.00	0.30

## 第二篇 磷酸铁(铝)分离-EDTA 容量法

### 9 范围

本标准规定了磷酸铁(铝)分离-EDTA 容量法测定氧化铝含量。

本标准适用于磷矿石和磷精矿产品中氧化铝含量大于 0.5% 的测定。

### 10 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 1871.2—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

### 11 方法提要

按照氧化铁含量测定第二篇分析步骤,即在分离了大部分干扰离子,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化铁后的溶液中,加入过量的 EDTA 溶液,然后按照本标准第一篇分析步骤进行,根据硫酸铜标准滴定溶液的用量,即可求出氧化铝含量(本方法为铁铝连测)。

### 12 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。

12.1 苯羟乙酸溶液:100 g/L;

12.2 氢氧化钠(GB/T 629)溶液:200 g/L。

其他试剂和溶液同本标准第一篇。

### 13 分析步骤

使用由 GB/T 1871.2 第二篇 12.4 保留的溶液,加入 5 mL 苯羟乙酸溶液(12.1),充分搅拌后,投入一小块刚果红试纸,用氢氧化钠溶液(12.2)中和至试纸呈蓝紫色。以下按本标准第一篇 6.4~6.5 进行。同时做空白试验。

注：不含钛的试样，不必加苯羟乙酸溶液。

#### 14 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化铝( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )含量( $X$ )按式(3)计算：

$$X = \frac{c \times (V - V_0) \times 0.05098}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中： $c$ ——硫酸铜标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

$V$ ——加入氟化钠后硫酸铜标准滴定溶液的体积，mL；

$V_0$ ——空白试验加入氟化钠后硫酸铜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；

0.05098——与1.00 mL 硫酸铜标准滴定溶液 [ $c(\text{CuSO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的氧化铝质量。

#### 15 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 %

氧化铝( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )含量	允许差
<1.00	0.20
1.00~5.00	0.25
>5.00	0.30

### 第三篇 铬天青S分光光度法

#### 16 范围

本标准规定了铬天青S分光光度法测定氧化铝含量。

本标准适用于磷矿石和磷精矿产品中氧化铝含量0.1%~4%的测定。

#### 17 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 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

#### 18 方法提要

试样溶液以高氯酸加热除氟，以抗坏血酸掩蔽铁、苯羟乙酸掩蔽钛，在乙酸盐缓冲溶液中，在表面活性剂聚乙烯醇存在下，铝和铬天青S生成紫红色配合物，于分光光度计波长620 nm处测量吸光度，以工作曲线法求出氧化铝含量。

#### 19 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。



- 19.1 氢氟酸(GB/T 620)。
- 19.2 高氯酸(GB/T 623)。
- 19.3 盐酸(GB/T 622)溶液:1+1。
- 19.4 盐酸溶液:1+9。
- 19.5 氢氧化钠(GB/T 629)溶液:200 g/L。
- 19.6 氢氧化钠溶液:50 g/L。
- 19.7 抗坏血酸溶液:20 g/L(使用前配制)。
- 19.8 苯羟乙酸溶液:10 g/L。
- 19.9 铬天青S溶液:1 g/L。称取0.5 g 铬天青S,溶于250 mL 乙醇(GB/T 679),用水稀释至500 mL。
- 19.10 聚乙烯醇溶液:20 g/L。称取4 g 聚乙烯醇,加入10 mL 甲醇(GB/T 683)、150 mL 水,搅拌,加热至沸。趁热过滤,冷却,用水稀释至200 mL。
- 19.11 乙酸盐缓冲溶液:称取274 g 乙酸铵(GB/T 1292)溶于400 mL 水中,称取109 g 三水乙酸钠(GB/T 693)溶于250 mL 水中,合并两种溶液(如必要可过滤)。用水稀释至1 000 mL。
- 19.12 氧化铝标准溶液:200  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。称取0.105 8 g 金属铝(高纯试剂)置于聚四氟乙烯烧杯中,加10 mL 氢氧化钠溶液(19.5),低温加热溶解,冷却。滴加盐酸溶液(19.3)至沉淀溶解后再过量20 mL,冷却。移入1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1 mL 含200  $\mu\text{g}$  氧化铝。
- 19.13 氧化铝标准溶液:10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,吸取25.00 mL 氧化铝标准溶液(19.12)置于500 mL 容量瓶中,加20 mL 盐酸溶液(19.3),用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1 mL 含10  $\mu\text{g}$  氧化铝。
- 19.14 百里香酚蓝(HG/T 3—1223)指示液:2 g/L 的乙醇(GB/T 679)溶液。

## 20 仪器

分光光度计:应符合GB/T 9721的规定。

## 21 试样

试样通过125  $\mu\text{m}$  试验筛(GB 6003),于105~110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥2 h以上,置于干燥器中冷却至室温。

## 22 分析步骤

### 22.1 试样的分解

#### 22.1.1 碱熔法或酸溶法

22.1.1.1 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150 mL 烧杯中,加入3 mL 高氯酸(19.2),低温加热蒸发冒白烟至近干(不应蒸干)。取下烧杯,稍冷,加5 mL 盐酸溶液(19.3),用适量水冲洗杯壁,加热溶解可溶性盐类。

22.1.1.2 取下烧杯,冷却,移入表1“稀释Ⅱ”规定的容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此为试样溶液Ⅱ。同时做空白试验得空白溶液K。

注:此时碱熔法处理的试液有硅酸沉淀时,应于过滤。

#### 22.1.2 氢氟酸-高氯酸全熔法:

22.1.2.1 称取约0.1 g 试样,精确至0.000 1 g,置于聚四氟乙烯烧杯(或铂皿)中。同时做空白试验。

22.1.2.2 加入少量水润湿试样,加入8~10 mL 氢氟酸(19.1),1 mL 高氯酸(19.2),低温加热分解冒白烟至近干。用少量水冲洗内壁,加入2 mL 高氯酸,再加热冒烟至近干(不应蒸干)。取下烧杯,稍冷,加5 mL 盐酸溶液(19.3),用适量水冲洗内壁,加热溶解可溶性盐类。取下烧杯,冷却,移入表3“稀释Ⅱ”规定的容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此为试样溶液Ⅱ。空白试验所得为空白溶液K。

表 3 试样溶液的稀释与吸取

氧化铝含量 %	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
0.1~0.5	25	0.1	100	10
>0.5~1.5	25	0.1	100	5
>1.5~4.0	25	0.1	200	5

## 22.2 显色与测量

22.2.1 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。

22.2.2 加 2.0 mL 抗坏血酸溶液(19.7),二滴百里香酚蓝指示液(19.14),滴加氢氧化钠溶液(19.5)至溶液呈浅红色后,再用氢氧化钠溶液(19.6)小心滴至恰呈亮黄色,加三滴盐酸溶液(13.4)(调酸度时溶液不要滴到瓶壁上),摇匀。

22.2.3 加 1.0 mL 苯羟乙酸溶液(19.8),沿容量瓶壁绕圈加 5.0 mL 铬天青 S 溶液(19.9)、10.0 mL 聚乙烯醇溶液(19.10)、15.0 mL 乙酸盐缓冲溶液(19.11)(每加一种试剂后均应轻轻摇匀)。用水稀释至刻度,摇匀。

注:不含钛的试样,不必加苯羟乙酸溶液。

22.2.4 放置 30 min 后,用 2 cm 吸收池,于分光光度计波长 620 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铝量。

## 23 工作曲线的绘制

量取 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL 氧化铝标准溶液(19.13)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入与试样溶液 II 同体积的空白溶液 K,用水稀释至 40 mL。以下按 22.2.2~22.2.4 进行,仍以空白试验溶液作参比,测量吸光度。以氧化铝量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 24 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化铝( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )含量( $X$ )按式(4)计算:

$$X = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $m_1$  —— 从工作曲线上查得的氧化铝量,  $\mu\text{g}$ ;

$m$  —— 吸取试样溶液 II 相当于试样的质量, g。


## 25 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 %

氧化铝( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )含量	允许差
0.10~0.50	0.06
>0.50~1.00	0.10
>1.00~2.00	0.15
>2.00	0.20

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铝含量的测定  
容量法和分光光度法

GB/T 1871.3—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:155066·1-27103

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 1871.3—1995  
购买者:上海美析仪器  
订单号:0120240922728528  
防伪号:2024-0923-1136-3649-9790  
时 间:2024-09-23  
定 价:29元



GB/T 1871.3—1995