



中华人民共和国国家标准

GB/T 8704.7—94

钒铁化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量

Methods for chemical analysis of ferrovanadium
The molybdenum blue photometric method for
the determination of phosphorus content

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钒铁化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量

GB/T 8704.7—94

Methods for chemical analysis of ferrovanadium
The molybdenum blue photometric method for
the determination of phosphorus content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钼蓝光度法测定磷量。

本标准适用于钒铁中磷量的测定。测定范围： $<0.25\%$ 。

2 方法提要

试样用硝酸和盐酸分解，在氨性介质中用过氧化氢氧化钒，同时以磷酸铁形式沉淀磷，过滤分离。以硝酸溶解沉淀，经高氯酸冒烟处理后，用亚硫酸氢钠还原铁，加入钼酸铵和硫酸肼，生成磷钼蓝。于分光光度计波长 825 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸($\rho 1.19$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho 1.42$ g/mL)。

3.3 硝酸(1+2)。

3.4 硝酸(1+50)。

3.5 高氯酸($\rho 1.67$ g/mL)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 氨水($\rho 0.90$ g/mL)。

3.8 过氧化氢($\rho 1.10$ g/mL)。

3.9 亚硫酸氢钠溶液(100 g/L)。

3.10 氯化铁溶液(100 g/L)：称取 10 g 氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，加入 10 mL 盐酸(1+1)，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.11 显色剂溶液

3.11.1 钼酸铵溶液：称取 20 g 钼酸铵[(NH_4)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]溶解于约 100 mL 温水中，加入 700 mL 硫酸(3.6)，冷却后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.11.2 硫酸肼溶液：称取 1.5 g 硫酸肼[(NH_2)₂·H₂SO₄]溶解于水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.11.3 使用时，取 25 mL 钼酸铵溶液(3.11.1)、10 mL 硫酸肼溶液(3.11.2)及 65 mL 水，混匀。

3.12 硫酸肼硫酸溶液：移取 10 mL 硫酸肼溶液(3.11.2)，加入 15 mL 硫酸(7+5)、75 mL 水，混匀。

3.13 磷标准溶液：称取 0.439 4 g 预先在 110℃ 烘至恒量，置于干燥器中的磷酸二氢钾(KH_2PO_4)基准

国家技术监督局 1994-09-26 批准

1995-06-01 实施

试剂溶解于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 磷。

4 试样

试样应通过 0.177 mm 筛孔。

5 分析步骤

5.1 试料量

称取 0.500 0 g 试样(含磷量大于 0.10% 时,称取 0.250 0 g 试样)。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于 200 mL 烧杯内,盖上表皿,加入 10 mL 硝酸(3.2)和 5 mL 盐酸(3.1),低温加热至试样分解,再加入 10 mL 硫酸(3.6)继续加热至冒硫酸白烟约 2 min。

5.3.2 放置冷却后加入 5 mL 氯化铁溶液(3.10)[FeV75 加入 8 mL 氯化铁溶液(3.10)],加入 50 mL 温水,加热溶解可溶性盐类,用中速定量滤纸过滤不溶性残渣。用温水充分洗净,弃去残渣。

5.3.3 滤液收集于 300 mL 烧杯内,用水稀释至约 200 mL,加入 5 mL 过氧化氢(3.8),一边搅拌,一边加入氨水(3.7)中和至刚出现沉淀再过量 5 mL,搅拌,同时再加入 2 mL 过氧化氢(3.8),立即用中速定量滤纸过滤,用温水充分洗净,弃去滤液和洗液。

5.3.4 分次加入 50 mL 温热硝酸(3.3)溶解滤纸上的沉淀于原烧杯中,用温硝酸(3.4)洗净滤纸(洗至无铁离子的反应为止),加入 10 mL 高氯酸(3.5),加热蒸发至冒白烟,使溶液体积约为 5 mL。

5.3.5 放置冷却,加入约 30 mL 温水溶解可溶性盐类、过滤,用温水洗净,弃去残渣。收集滤液于 100 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.6 显色溶液:移取 10.00 mL 溶液(5.3.5)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 亚硫酸氢钠溶液(3.9),摇匀,在沸水浴中加热溶液至无色,立即加入 25 mL 显色剂溶液(3.11.3),混匀,再于沸水浴中加热 15 min,取下,流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.7 参比溶液:移取 10.00 mL 溶液(5.3.5)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 亚硫酸氢钠溶液(3.9),混匀,在沸水浴中加热溶液至无色,加入 25 mL 硫酸肼硫酸溶液(3.12),混匀,再于沸水浴中加热 15 min,取下,流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.8 将部分显色溶液(5.3.6)移入适当的比色皿中,以参比溶液(5.3.7)为参比,于分光光度计,波长 825 nm 处测量其吸光度。

5.4 工作曲线绘制

5.4.1 移取 0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 mL 磷标准溶液(3.13)分别置于一组 100 mL 烧杯中,各加入 5 mL 高氯酸(3.5)和 2 mL 氯化铁溶液(3.10),加热至冒高氯酸烟,放置冷却,加入约 30 mL 温水溶解盐类。冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。以下按 5.3.6 进行。

5.4.2 将部分显色溶液(5.4.1)移入与 5.3.8 相同的比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计,波长 825 nm 处测量其吸光度。以显色溶液的含磷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算磷的百分含量:

$$P(\%) = \frac{m_1}{m \cdot r} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的磷量, g;

m ——试料的质量, g;

r ——试液的分取比。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
磷量	允许差	
≤ 0.040	0.006	
$> 0.040 \sim 0.060$	0.008	
$> 0.060 \sim 0.100$	0.010	
$> 0.100 \sim 0.250$	0.015	

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由峨嵋铁合金(集团)股份有限公司起草。

本标准主要起草人徐永培、刘孝珍、侯文质。

本标准水平等级标记 GB 8704.7—94 I

(京)新登字 023 号

GB/T 8704.7—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钒 铁 化 学 分 析 方 法
钼 蓝 光 度 法 测 定 磷 量
GB/T 8704.7—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码: 100045

电 话: 8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字
1995 年 5 月第一版 1995 年 5 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-11436 定价 8.00 元

*

标 目 262—17



GB/T 8704.7—1994