

中华人民共和国国家标准

钨铁化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量

UDC 669.15'27
:543.06

GB 7731.4—87

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

本标准适用于钨铁中磷量的测定。测定范围：小于0.06%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以硝酸和氢氟酸分解，高氯酸处理冒白烟，以水溶解可溶性盐类，EDTA 掩蔽铁，加入硫酸铍，在氨性溶液中使磷生成磷酸铍与氢氧化铍共沉淀，分离后以盐酸溶解沉淀物，用高氯酸处理，以亚硫酸氢钠还原铁，加入钼酸铵和硫酸肼反应生成钼蓝，测量其吸光度。

2 试剂

- 2.1 氢氟酸($\rho=1.15\text{g/mL}$)。
- 2.2 硝酸(1+1)。
- 2.3 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)。
- 2.4 盐酸(1+3)。
- 2.5 高氯酸($\rho=1.67\text{g/mL}$)。
- 2.6 硝酸铵溶液(1%)。
- 2.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(10%)。
- 2.8 氢氧化铵($\rho=0.90\text{g/mL}$)。
- 2.9 硫酸铍溶液(2%)。
- 2.10 亚硫酸氢钠溶液(10%)。
- 2.11 发色试剂溶液
 - 2.11.1 钼酸铵溶液(2%)：称取20g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，用100mL 温水溶解，加入700mL 硫酸(1+1)，冷却至室温，以水稀释成1 000mL，混匀。
 - 2.11.2 硫酸肼 $[(\text{NH}_2)_2\text{H}_2\text{SO}_4]$ 溶液(0.15%)。
 - 2.11.3 取25mL 钼酸铵溶液(2.11.1)、10mL 硫酸肼溶液(2.11.2)和65mL 水。用时混合。
- 2.12 磷标准溶液($100\mu\text{g P/mL}$)：称取0.439 4g 经110℃烘干至恒重并贮存于干燥器中的磷酸二氢钾(KH_2PO_4)，再溶解于水中，移于1 000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3 试样

试样应通过0.088mm 筛孔。

中华人民共和国冶金工业部 1987-03-31 批准

1988-03-01 实施

4 分析步骤

4.1 试样量

称取1.000 0g 试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于铂皿中,盖上盖,加入10mL 硝酸(2.2),滴加氢氟酸(2.1)分解试样,加入10mL 高氯酸(2.5),加热冒高氯酸白烟5~6min,放冷后加温水加热,溶解可溶性盐类,移于500mL 烧杯中,附着于铂皿中的钨酸以少量氢氧化铵(2.8)溶解,加盐酸(2.3)呈酸性后合并于原烧杯中,加水稀释至溶液体积约150mL,加入50mL EDTA(2.7),加热至80~90℃,加入氢氧化铵(2.8)使溶液呈棕红色,加入30mL 硫酸铍溶液(2.9),再加入30mL 氢氧化铵,稍冷,用中速滤纸过滤,用氨性的硝酸铵溶液(2.6)洗净烧杯,并洗涤沉淀数次,弃去滤液。沉淀以温盐酸(2.4)溶解,以温水洗净收集于原烧杯中,加入20mL EDTA(2.7),加热至80~90℃,加入氢氧化铵(2.8)使溶液呈棕红色并过量20mL,煮沸,稍冷,用中速滤纸过滤,用氨性的硝酸铵溶液(2.6)洗涤烧杯,并洗涤沉淀数次,弃去滤液。沉淀以温盐酸(2.4)溶解于250mL 锥型烧杯中,加入10mL 高氯酸(2.5),加热冒白烟使液量在5mL 以下,放冷后加温水30mL 溶解可溶性盐类,过滤,以温水充分洗净,弃去残留物。滤液收集于100mL 容量瓶中,冷却至室温,以水稀释至刻度,混匀。

4.3.2 移取10.00mL 溶液(4.3.1)于100mL 容量瓶中,加10mL 亚硫酸氢钠溶液(2.10),在沸腾的水浴中加热数分钟,立即加入25mL 溶液(2.11.3),再在沸水浴中加热约15min,以流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.3 将部分溶液(4.3.2)移于比色皿中,以水为参比,在波长825nm 处测量其吸光度。

4.3.4 减去随同试样空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的磷量。

4.4 工作曲线的绘制

移取0、2.00、4.00、6.00、8.00mL 磷标准溶液(2.12)分别置于一组烧杯中,各加入5mL 高氯酸(2.5)加热产生高氯酸白烟,用30mL 水溶解后,冷却至室温,移于100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,以下按4.3.2款至4.3.3款进行,减去试剂空白的吸光度,以磷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算磷的百分含量:

$$P(\%) = \frac{m_1}{m_0 r} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的磷量,g;

m_0 ——试样量,g;

r ——试液分取比。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下列允许差。

GB 7731.4—87

		%
磷 量	允 许 差	
0.030	0.003	
>0.030~0.050	0.004	
>0.050~0.060	0.006	

附加说明:

本标准由吉林铁合金厂负责起草。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 583—65《钨铁化学分析方法》作废。