

UDC 669.15'292 : 543.062
H 11



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($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.3 硝酸(1+2)。

3.4 硝酸(1+50)。

3.5 高氯酸($\rho 1.67 \text{ g/mL}$)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 氨水($\rho 0.90 \text{ g/mL}$)。

3.8 过氧化氢($\rho 1.10 \text{ g/mL}$)。

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 [$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_2\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] 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 [$(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$] 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