

# 中华人民共和国国家标准

## 钢铁及合金化学分析方法 钨磷钼蓝光度法测定磷量

Methods for chemical analysis  
of iron, steel and alloy  
The reduced molybdoantimonyl phosphoric  
acid photometric method for the determina-  
tion of phosphorus content

UDC 669.14/.15  
: 543.06

GB 223.59—87

代替 GB 223.3—81  
中方方法四

本标准适用于铁粉、碳钢、合金钢、高合金钢中磷量的测定,不适用于含铌、钨钢。测定范围:0.01%~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

磷在硫酸介质中与钨、钼酸铵生成的络合物,用抗坏血酸还原为钨磷钼蓝,测量其吸光度。

在显色液中存在 50 $\mu$ g 钨,200 $\mu$ g 钼、硅,600 $\mu$ g 铜、钨、钒,10mg 锰,20mg 镍、铁不干扰测定。铬(VI)有影响,600 $\mu$ g 铬(III)不干扰,超过此量用盐酸挥发。砷用氢溴酸、盐酸挥发。钨、钼有干扰。

### 2 试剂

- 2.1 高氯酸( $\rho$ 1.67g/ml)。
- 2.2 盐酸( $\rho$ 1.19g/ml)。
- 2.3 硝酸-盐酸混合酸:一份硝酸( $\rho$ 1.42g/ml)和二份盐酸(2.2)混合。
- 2.4 硫酸(1+5)。
- 2.5 氢溴酸-盐酸混合酸:一份氢溴酸( $\rho$ 1.49g/ml)和二份盐酸(2.2)混合。
- 2.6 抗坏血酸溶液(3%);用时现配。
- 2.7 钼酸铵溶液(2%)。
- 2.8 酒石酸锑钾溶液(0.27%,1ml含1mg钨)。
- 2.9 亚硝酸钠溶液(10%)。
- 2.10 淀粉溶液(1%):1g可溶性淀粉(若淀粉中含磷量高,先用盐酸(5+95)充分搅拌洗涤,待下沉后倾出酸液,用水洗至中性),用少量水润湿后,在搅拌下倒入100ml沸水,搅匀,煮沸片刻。用前加热至溶液呈透明后,冷却至室温使用。
- 2.11 铁溶液:称取0.4g纯铁(含磷0.001%以下),用10ml盐酸(2.2)溶解后,滴加硝酸( $\rho$ 1.42g/ml)氧化,加3ml高氯酸(2.1)蒸发至冒高氯酸烟并继续蒸发至呈湿盐状,冷却,用20.0ml硫酸(2.4)溶解盐类,冷却至室温,移入100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 2.12 磷标准溶液
- 2.12.1 称取0.4393g基准磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ),预先经105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒量,用适量水溶解,加5ml硫

冶金工业部 1987-04-03 批准

1988-03-01 实施

酸(2.4)移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含100 $\mu$ g磷。

2.12.2 移取20.00ml磷标准溶液(2.12.1),置于1000ml容量瓶中,加5ml硫酸(2.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含2 $\mu$ g磷。

### 3 分析步骤

#### 3.1 试样量

称取0.2000g试样。

#### 3.2 空白试验

随同试样做空白试验。

#### 3.3 测定

3.3.1 将试样(3.1)置于150ml烧杯中,加10ml硝酸-盐酸混合酸(2.3),加热溶解,加8ml高氯酸(2.1)(需要挥铬的试样多加2~3ml高氯酸)蒸发至刚冒高氯酸烟,稍冷,加10ml氢溴酸-盐酸混合酸(2.5)挥砷,加热至刚冒高氯酸烟,再加5ml氢溴酸-盐酸混合酸(2.5)再挥砷一次,继续蒸发至冒高氯酸烟(如所取试样中含铬超过5mg,则将铬氧化至六价后,分次滴加盐酸(2.2)挥铬)至烧杯内部透明并回流3~4min[如试样中含锰超过2%,则多加3~4ml高氯酸(2.1),回流时间保持15~20min],继续蒸发至湿盐状。

3.3.2 冷却,加10ml硫酸(2.4)溶解盐类,滴加亚硝酸钠溶液(2.9)将铬还原至低价并过量1~2滴,煮沸驱除氮氧化物,冷却至室温,移入100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

移取10.00ml试液二份,分别置于25ml容量瓶中。

3.3.3 加2.0ml硫酸(2.4)、0.3ml酒石酸锑钾溶液(2.8)、2ml淀粉溶液(2.10)、2ml抗坏血酸溶液(2.6)(每加一种试剂均需摇匀。也可将所需用的硫酸、酒石酸锑钾及淀粉溶液按比例在显色时混合后一次加入)。一份加5.0ml钼酸铵溶液(2.7)(从容量瓶口中间加入,沾附在瓶壁上的钼酸铵溶液需用水冲洗,否则瓶壁上的钼酸铵因酸度低,将被还原成蓝色,造成测定误差),摇匀,用水稀释至刻度,混匀。

3.3.4 另一份不加钼酸铵溶液,用水稀释至刻度,混匀。

3.3.5 在20~30 $^{\circ}$ C放置10min后,移入2~3cm比色皿中,以不加钼酸铵溶液的一份为参比,在分光光度计上,于波长700nm处,测量其吸光度。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。

#### 3.4 工作曲线的绘制

移取0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00ml磷标准溶液(2.12.2),分别置于6个25ml容量瓶中,加5ml铁溶液(2.11),以下按3.3.3条进行。在20~30 $^{\circ}$ C放置10min后,移入2~3cm比色皿中,以水为参比,在分光光度计上,于波长700nm处,测量其吸光度,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。

### 4 分析结果的计算

按下式计算磷的百分含量:

$$P(\%) = \frac{mV}{m_0V_1} \times 100$$

式中:  $V_1$ ——分取试液体积,ml;

$V$ ——试液总体积,ml;

$m_1$ ——从工作曲线上查得的磷量,g;

$m_0$ ——试样量,g。

### 5 精密度

本标准中所列精密度是在1986年由十个试验室对七个均匀分布在本方法测定范围内相同的均匀