

钢铁及合金化学分析方法

磷钼酸铵容量法测定磷量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The ammonium phosphomolybdate volumetric method
for the determination of phosphorus content

UDC 669.14/.15
:543.06

GB 223.61—88

代替 GB 223.3—81
方法二

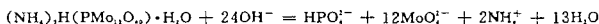
本标准适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢中磷量的测定。测定范围：0.01%~1.0%。

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

试样以氧化性酸溶解，在约 2.2 mol/l 硝酸酸度下，加钼酸铵生成磷钼酸铵沉淀，过滤后，用过量的氢氧化钠标准溶液溶解，过剩的氢氧化钠以酚酞溶液为指示剂用硝酸标准溶液返滴定至粉红色刚消失为终点(约 pH8)。

氢氧化钠溶解钼酸铵沉淀的总反应式如下：



试液中存在小于 100 μg 砷、500 μg 钽、1 mg 锆、钒或铌、8 mg 钨、10 mg 钽和 20 mg 硅不干扰测定，超出上述限量，砷以盐酸、氢溴酸挥除；锆、铌、钽、钨和硅以氢氟酸掩蔽；钒用盐酸羟胺还原；钨在氨性溶液中，EDTA 存在下，用铍作载体分离除去。

2 试剂

- 2.1 硝酸铵：固体。
- 2.2 乙二胺四乙酸二钠(以下简称 EDTA)：固体。
- 2.3 高氯酸(ρ 1.67 g/ml)。
- 2.4 氢氟酸(ρ 1.15 g/ml)。
- 2.5 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。
- 2.6 硝酸(1+3)。
- 2.7 硝酸(2+100)。
- 2.8 盐酸(ρ 1.19 g/ml)。
- 2.9 氢溴酸(ρ 1.49 g/ml)。
- 2.10 氢氧化铵(ρ 0.90 g/ml)。
- 2.11 氢氧化铵(5+95)。
- 2.12 亚硝酸钠溶液(10%)。
- 2.13 硫酸铍溶液(2%)：用硫酸(1+100)配制。
- 2.14 盐酸羟胺溶液(10%)：用时配制。
- 2.15 钼酸铵溶液：称取 135 g 钼酸铵 [(NH₄)₂Mo₁₂O₄₀·4H₂O] 溶于温水中，冷却，用水稀释至 1 000 ml，搅拌并徐徐倾入 1 000 ml 硝酸(2+3)中，混匀，加 5 mg 磷酸氢二铵，静置 24 h，使用前用慢速滤纸过滤。

- 2.16 中性水:将蒸馏水煮沸驱除二氧化碳后流水冷却。用时制备。
 2.17 酚酞溶液:称取 0.25 g 酚酞溶于 30 ml 乙醇中,用水稀释至 50 ml。
 2.18 氢氧化钠标准溶液, $C(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/l}$ 或 $C(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/l}$ 。

2.18.1 配制

称取 4 g 或 2 g 氢氧化钠溶于 1 000 ml 中性水(2.16)中,贮存于密闭的塑料瓶中。

2.18.2 标定

称取 0.300 0 g 基准苯二甲酸氢钾(预先经 105℃ 烘干,置于干燥器中冷却至室温)三份,分别用 80 ml 中性水(2.16)溶解,各加 2~3 滴酚酞溶液(2.17),用氢氧化钠标准溶液(2.18)滴定至浅红色,三份溶液所消耗氢氧化钠标准溶液毫升数的极差值不超过 0.05 ml,取其平均值,氢氧化钠标准溶液的浓度按下式计算:

$$C = \frac{m \times 1000}{204.22 \times V}$$

式中: C ——氢氧化钠标准溶液的物质的量浓度, mol/l;

m ——称取苯二甲酸氢钾的质量, g;

V ——标定所消耗氢氧化钠标准溶液的平均体积, ml;

204.22 ——苯二甲酸氢钾的摩尔质量, g/mol。

- 2.19 硝酸标准溶液, $C(\text{HNO}_3)=0.1 \text{ mol/l}$ 或 $C(\text{HNO}_3)=0.05 \text{ mol/l}$ 。

2.19.1 配制

移取 6.5 ml 或 3.3 ml 经煮沸驱除氮氧化物并已冷却的硝酸(2.5),用水稀释至 1 000 ml,混匀。

2.19.2 标定

移取 25.00 ml 氢氧化钠标准溶液(2.18)三份,分别加 50 ml 中性水(2.16)、3 滴酚酞溶液(2.17)用硝酸标准溶液(2.19.1)滴定至红色消失,三份溶液所消耗硝酸标准溶液(2.19.1)毫升数的极差值不超过 0.05 ml,取其平均值,按下式计算:

$$K = \frac{25.00}{V}$$

式中: K ——硝酸标准溶液对氢氧化钠标准溶液的换算系数;

V ——滴定所消耗硝酸标准溶液的平均体积, ml;

25.00 ——移取氢氧化钠标准溶液(2.18)的体积, ml。

3 分析步骤

3.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

含量范围, %	0.01~0.03	0.03~0.05	0.05~0.1	0.1~0.5	0.5~1.0
试样量, g	2.000	1.500	1.000	0.500 0	0.250 0
加硝酸(2.6), ml	50	50	40	40	30
加高氯酸(2.3), ml	20	15	10	5	5
加 EDTA (2.2), g	镍基	4	3	2	1
	铁基	15	12	8	4

3.2 空白试验

随同试样做空白试验。

3.3 测定

3.3.1 试样的溶解