



中华人民共和国国家标准

GB/T 8704.7—2009
代替 GB/T 8704.7—1994

钒铁 磷含量的测定 钼蓝分光光度法

Ferrovandium—Determination of phosphorus content—
The molybdenum blue photometric method

2009-07-15 发布

2010-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本部分代替 GB/T 8704.7—1994《钒铁化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》。

本部分与 GB/T 8704.7—1994 比较,主要变化为:

- 试料溶解后过滤不溶性残渣的洗液由“温水”改为“温热的稀硝酸”;
- 将沉淀时过加氨水的量由“5 mL”,改为“10 mL”;
- 沉淀时加入的载体氯化铁溶液的量由加入 100 g/L 的氯化铁溶液 5 mL 或 8 mL,改为加入 50 g/L 的氯化铁溶液 8 mL;
- 将绘制校准曲线加入氯化铁溶液的量由加入 100 g/L 的氯化铁溶液 2 mL,改为加入 50 g/L 的氯化铁溶液 5 mL;
- 将绘制校准曲线时“以空白调零”改为“以对应参比调零”;
- 测定范围由“<0.25%”改为“0.010%~0.25%”。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本部分主要起草人:唐华应、方艳、吴翠萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8704.7—1994。

钒铁 磷含量的测定

钼蓝分光光度法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 8704 的本部分规定了用钼蓝分光光度法测定钒铁中的磷含量。

本部分适用于钒铁中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.250%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 8704 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 原理

试料以硝酸、盐酸分解,在氨性介质中用过氧化氢氧化钒,同时磷以磷酸铁形式沉淀,过滤分离。以硝酸溶解沉淀,经高氯酸处理冒白烟后,加入亚硫酸氢钠还原铁,磷与钼酸铵、硫酸胍反应生成磷钼蓝,于分光光度计上 825 nm 波长处测量其吸光度。在校准曲线上查得磷的质量,计算得出试样中磷的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 硝酸, ρ 1.42 g/mL。

4.2 盐酸, ρ 1.19 g/mL。

4.3 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。

4.4 过氧化氢, ρ 1.10 g/mL。

4.5 氢氧化铵, ρ 0.90 g/mL。

4.6 硝酸,1+2。

4.7 硝酸,1+50。

4.8 硫酸,1+1。

4.9 亚硫酸氢钠溶液,100 g/L。称取 50 g 亚硫酸氢钠(NaHSO_3)置于 600 mL 烧杯中,加入 500 mL 水溶解,混匀。

4.10 氯化铁溶液,50 g/L。称取 5 g 氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),置于 400 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(1+1)和 90 mL 水溶解,混匀。

4.11 显色剂溶液

4.11.1 钼酸铵溶液,20 g/L。称取 20 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于约 100 mL 温水中,加入 700 mL 硫酸(4.8),冷却后以水稀释至 1 000 mL,混匀。