

中华人民共和国国家标准

硼铁化学分析方法

铈磷钼蓝光度法测定磷量

Methods for chemical analysis of ferroboron
The reduced molybdoantimonylphosphoric acid photometric
method for the determination of phosphorus content

UDC 669.15'781
:543.42
:546.18
GB 3653.6—88

代替 GB 3653.6—83

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铈磷钼蓝光度法测定磷量。

本标准适用于硼铁中磷量的测定。测定范围：0.005%~0.120%。

2 方法提要

试样用硝酸、氢氟酸溶解，高氯酸冒烟，将残渣滤出，用碱熔融，水浸出溶解后与主液合并，取出部分溶液在铈盐存在下，用抗坏血酸还原成磷钼蓝测其吸光度。由工作曲线求出磷含量。

3 试剂

3.1 碳酸钠，无水(固体)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硝酸(1+2)。

3.4 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.5 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.6 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.7 硫酸(1+5)。

3.8 钼酸铵溶液(50 g/L)。

3.9 抗坏血酸溶液(30 g/L)。

3.10 淀粉溶液(10 g/L)：称取1 g可溶性淀粉，置于150 mL烧杯中，加水10 mL调成糊状，然后在搅拌下以细流状注入100 mL沸水中，搅匀，煮沸3 min，取下冷却后使用。

3.11 酒石酸铈钾溶液(2.7 g/L)：称取0.54 g酒石酸铈钾溶于200 mL水中，混匀。此溶液1 mL含1.00 mg铈。

3.12 铁溶液：称取0.800 0 g纯铁粉，置于250 mL烧杯中，加入20 mL盐酸(1+1)、10 mL硝酸(3.2)溶解后，加入5 mL高氯酸(3.5)于电热板上加热，蒸至糖浆状，取下，冷却后加入40 mL硫酸(3.7)溶解盐类，移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.13 磷标准溶液：

3.13.1 称取0.439 4 g基准磷酸二氢钾(预先于100~105℃烘1 h，在干燥器中冷却至室温)，用水溶解后，加入5 mL硫酸(3.7)，用水洗入1 000 mL容量瓶中，并稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含100 μ g磷。

3.13.2 移取5.00 mL磷标准溶液(3.13.1)，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液

中华人民共和国冶金工业部1988-09-08批准

1990-01-01实施

GB 3653.6—88

1 mL含5 μg 磷。

4 试样

试样应通过0.088 mm 筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取0.400 0 g 试样(含磷量高于0.05%时,称取0.200 0 g 试样)。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于80~100 mL 铂皿中,加入5 mL 水,滴加5 mL 硝酸(3.2),待激烈反应停止后,加入3 mL 氢氟酸(3.4),混匀,加入7 mL 高氯酸(3.5),于电炉上加热蒸发至糖浆状(高氯酸不可残余太多,但也不要蒸干),取下,冷却后,加入10 mL 硫酸(3.7)、20~30 mL 水,溶解盐类,用定量滤纸过滤于200 mL 容量瓶里,用60 mL 水与10 mL 硫酸(3.7)的混合液洗涤残渣数次,直至全部洗液用完,再用水洗涤3~4次,滤液保留备用。

5.3.2 将残渣连同滤纸置于30 mL 铂坩锅中,烘干,炭化后于600~700℃的高温炉中灼烧20 min,取出冷却后,加1.5 g 碳酸钠(3.1),置于950~1 000℃的高温炉中熔融5~8 min,取出,冷却后,将坩锅置于150 mL 烧杯中,加入10 mL 硝酸(3.3)于铂坩锅中,浸出熔块,用水洗出坩锅,加入3 mL 高氯酸(3.5),加热蒸发至糖浆状,取下,冷却后,加入20 mL 水,溶解盐类,移入原滤液(5.3.1)中,用水稀释至刻度,混匀,备用。

5.3.3 移取20.00 mL 溶液(5.3.2)置于50 mL 容量瓶中,加入4 mL 硫酸(3.7)[如有As⁵⁺存在,另加入1 mL 硫代硫酸钠溶液(5 g/L)(随同试样空白溶液则不加),放置2 min]、0.6 mL 酒石酸锑钾溶液(3.11)、4 mL 淀粉溶液(3.10)、5 mL 抗坏血酸溶液(3.9)和3 mL 钼酸铵溶液(3.8),每加完一种试剂都要立即摇匀。用水稀释至刻度,混匀,放置25 min,将部分溶液移入1 cm 比色皿中(含磷量小于0.03%可用2 cm 比色皿),以水为参比,于分光光度计波长700 nm 处测量其吸光度,减去随同试样所做空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的磷量。

5.4 工作曲线的绘制

移取0.100、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 磷标准溶液(3.13.2),分别置于一组50 mL 容量瓶中,加入10 mL 铁溶液(3.12)、4 mL 硫酸(3.7)用水稀释至约25 mL,混匀,加入0.6 mL 酒石酸锑钾溶液(3.11)、4 mL 淀粉溶液(3.10)和5 mL 抗坏血酸溶液(3.9)混匀,加入3 mL 钼酸铵溶液(3.8),用水稀释至刻度,混匀,放置25 min,将部分溶液移入1 cm 比色皿(含磷量小于0.03%可用2 cm 比色皿)中,以水为参比,于分光光度计波长700 nm 处测量其吸光度,减去不加磷标准溶液的补偿溶液的吸光度。以磷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算磷的百分含量:

$$P(\%) = \frac{m_1 \times 100}{m \times \frac{20}{200}}$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的磷量,g;

GB 3653.6—88

m ——试样量, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

磷 量	允 许 差
0.005~0.010	0.003
>0.010~0.030	0.004
>0.030~0.060	0.006
>0.060~0.120	0.012

附加说明:

本标准由辽阳铁合金厂起草。

本标准主要起草人王谦、刘仲林。

本标准水平等级标记 GB 3653.6—88 I