



中华人民共和国国家标准

GB/T 4701.7—2009
代替 GB/T 4701.7—1985

钛铁 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法

Ferrotitanium—Determination of phosphorus content—

Molybdobismuthylphosphoric blue spectrophotometric method
and the molybdenum blue spectrophotometric method

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2009-07-08 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
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本部分代替 GB/T 4701.7—1985《钛铁化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量》。

本部分与 GB/T 4701.7—1985 比较,主要变化为:

——新增了铋磷钼蓝分光光度法;

——在方法 2 钼蓝分光光度法中吸光度测定时将“随同试料空白为参比”改为“以水为参比”。

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、张映霞、史本兵。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4701.7—1985。



美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

钛铁 磷含量的测定

铋磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法

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

本部分规定了用铋磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法测定钛铁中的磷含量。
本部分适用于钛铁中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.150%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过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 方法一 铋磷钼蓝分光光度法

3.1 原理

试料用硝酸、氢氟酸分解,硫酸和高氯酸冒烟氧化磷,以氢氧化钠使铁、钛等生成沉淀与磷分离。滤液用硫酸酸化后,在硫酸介质中,用硫代硫酸钠还原高价砷,磷与硝酸铋、钼酸铵形成磷铋钼三元配位物,用抗坏血酸还原后磷形成铋磷钼蓝,于分光光度计上 700 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。

3.2 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。

3.2.1 硝酸,ρ₁. 42 g/mL。

3.2.2 氢氟酸,ρ₁. 15 g/mL。

3.2.3 高氯酸,ρ₁. 67 g/mL。

3.2.4 硫酸,ρ₁. 84 g/mL。

3.2.5 硫酸,1+5。

3.2.6 硫酸,1+7。

3.2.7 氢氧化钠溶液,200 g/L。贮存于塑料瓶中。

3.2.8 硫代硫酸钠溶液,10 g/L。1 L 中含 20 g 无水亚硫酸钠,用时配制。

3.2.9 硝酸铋溶液,30 g/L。称取 15 g 硝酸铋[Bi(NO₃)₃·5H₂O],置于 600 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(1.42 g/mL)中,待完全溶解后,加入 2 g 尿素,450 mL 水,混匀。

3.2.10 钼酸铵溶液,35 g/L。称取 3.5 g 钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O],置于 200 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,温热溶解,混匀。过滤后使用。

3.2.11 抗坏血酸溶液,10 g/L。称取抗坏血酸 5 g,置于 600 mL 烧杯中,加入 500 mL 乙醇(1+1),混匀。用时配制。

3.2.12 硫酸铁铵溶液,90 g/L。称取 45 g 硫酸铁铵(NH₄Fe(SO₄)₂·12H₂O)置于 600 mL 烧杯中,加入 85 mL 水,加入 15 mL 硫酸(3.2.5),溶解完全后,加入 400 mL 水,混匀。

3.2.13 磷标准溶液

3.2.13.1 称取 0.439 4 g 预先在 105 °C ~110 °C 烘干至恒量的磷酸二氢钾(KH_2PO_4 , 基准试剂), 置于 250 mL 烧杯中, 以水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含磷 100 μg 。

3.2.13.2 移取 50.00 mL 磷标准溶液(3.2.13.1)于 500 mL 容量瓶, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含磷 10 μg 。

3.3 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

3.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样, 试样应通过 0.125 mm 筛孔。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料量

按表 1 称取试样, 准确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

磷含量(质量分数)/%	试料量/g
0.040~0.080	1.00
>0.080~0.150	0.50

3.5.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

3.5.3 测定

3.5.3.1 试料溶液的制备

将试料(3.5.1)置于铂皿或聚四氟乙烯烧杯中, 盖上表皿, 加入 20 mL 硝酸(3.2.1), 缓慢分次滴加少量氢氟酸(3.2.2)至试样溶解, 取下表皿, 加入 10 mL 硫酸(3.2.4)和 10 mL 高氯酸(3.2.3)于低温电热板上加热至几乎不再冒硫酸白烟, 取下冷却。加入 10 mL 硫酸(3.2.5), 40 mL 温水, 加热溶解可溶性盐类, 移入 500 mL 烧杯中, 以热水稀释至约 100 mL, 边搅拌边加入氢氧化钠溶液(3.2.7)至生成沉淀并一次过量 40 mL。加热煮沸 3 min~5 min, 取下, 冷却至室温。移入 200 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。以中速滤纸过滤, 弃去最初滤液。

3.5.3.2 显色与测定

3.5.3.2.1 移取 10.00 mL 滤液(3.5.3.1)于 50 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 硫酸(3.2.6), 加入 1.00 mL 硫酸铁铵溶液(3.2.12), 5 mL 硫代硫酸钠溶液(3.2.8), 5 mL 硝酸铋溶液(3.2.9), 加入 5 mL 钼酸铵溶液(3.2.10), 混匀, 再加入 5 mL 抗坏血酸溶液(3.2.11), 混匀, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.5.3.2.2 常温静置 15 min, 于分光光度计上 700 nm 波长处, 用适当吸收皿, 以蒸馏水为参比, 测量其吸光度, 减去随同空白的吸光度得到试料溶液的净吸光度, 从校准曲线(3.5.4)上查出相应的磷的质量。

3.5.4 校准曲线的绘制

3.5.4.1 在一组 50 mL 容量瓶中, 分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 磷标准溶液(3.2.13.2), 加入 10 mL 硫酸溶液(3.2.6), 加入 1.00 mL 硫酸铁铵溶液(3.2.12), 以下按照 3.5.3.2.1 中“加入 5 mL 硫代硫酸钠溶液(3.2.8)”及后续步骤进行。常温静置 15 min, 以蒸馏水为参比, 于分光光度计上 700 nm 波长处, 用适当吸收皿测量其吸光度。

3.5.4.2 校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零浓度溶液的吸光度, 为磷校准曲线系列溶液的净吸光度, 以磷的质量(μg)为横坐标, 净吸光度为纵坐标, 绘制校准曲线。

3.6 分析结果的计算

按式(1)计算试样中磷的含量(质量分数) $w(\text{P})$, 数值以%表示:

$$w(\text{P}) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \times 10^4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得的磷的质量,单位为微克(μg);

V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

3.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2 允许差

%

磷含量(质量分数)	允许差
0.010—0.040	0.006
>0.040—0.080	0.008
>0.080—0.150	0.010

4 方法二 钼蓝分光光度法

4.1 原理

试料用硝酸和氢氟酸分解,以氢氧化钠使铁、钨等生成沉淀与磷分离。滤液用盐酸酸化,在三氯化铁存在下,加入钼钒使磷生成磷酸铁沉淀。将其溶解于硝酸中,加高氯酸冒烟除去硝酸。以亚硫酸氢钠还原铁,加入钼酸铵使磷与钼酸铵生成磷钼杂多酸,以硫酸肼还原为磷钼蓝,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。

4.2 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。

4.2.1 硝酸, $\rho_1 = 1.42 \text{ g/mL}$ 。

4.2.2 氢氟酸, $\rho_1 = 1.15 \text{ g/mL}$ 。

4.2.3 高氯酸, $\rho_1 = 1.67 \text{ g/mL}$ 。

4.2.4 硝酸,1+2。

4.2.5 硝酸,1+50。

4.2.6 盐酸,1+1。

4.2.7 硫酸,1+1。

4.2.8 氨水,1+1。

4.2.9 氢氧化钠溶液,200 g/L。贮存于塑料瓶中。

4.2.10 三氯化铁溶液,100 g/L。称取 50 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)置于 600 mL 烧杯中,加 90 mL 水,加入 10 mL 盐酸(1+1),溶解完全后,加入 400 mL 水,混匀。

4.2.11 亚硫酸氢钠溶液,100 g/L。

4.2.12 显色剂溶液

4.2.12.1 钼酸铵溶液: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(1+1),冷却后以水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.2.12.2 硫酸肼溶液,1.5 g/L。称取 1.5 g 硫酸肼 $[(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$,加水溶解后,以水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.2.12.3 使用时,取 25 mL 钼酸铵溶液(4.2.12.1)、10 mL 硫酸肼溶液(4.2.12.2)及 65 mL 水,混匀。用时配制。

4.2.13 磷标准溶液:称取 0.439 4 g 预先在 105 ℃ ~110 ℃ 烘干至恒量并保存于干燥器中的磷酸二氢钾(KH_2PO_4 , 基准试剂),置于 400 mL 烧杯中,加入适量水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含磷 100 μg 。

4.3 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

4.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料量

按表 3 称取试样,准确至 0.000 1 g。

表 3 试料量

磷含量(质量分数)/%	试料量/g
0.010~0.080	1.00
>0.080~0.150	0.50

4.5.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

4.6 测定

4.6.1 将试料(4.5.1)置于 100 mL 铂皿中或聚四氟乙烯烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 硝酸(4.2.1),分次滴加少量氢氟酸(4.2.2)至试样溶解,取下表皿,加入 10 mL 硫酸(4.2.7),加热蒸发至几乎不再冒硫酸白烟,取下冷却,加入 20 mL 盐酸(4.2.6),加热溶解可溶性盐类,移入 500 mL 烧杯中,以温水稀释至约 200 mL,边搅拌边缓慢加入氢氧化钠溶液(4.2.9)至生成沉淀并过量 40 mL。加热煮沸 3 min~5 min,取下冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.6.2 将带有沉淀的溶液(4.6.1)用中速滤纸干过滤于 250 mL 干燥的容量瓶中至刻度,将溶液倒入 500 mL 烧杯中,用少量水洗净容量瓶并入烧杯中,用盐酸(4.2.6)中和至中性并过量 10 mL,加热煮沸 1 min~2 min。取下,加入 5 mL 三氯化铁溶液(4.2.10),用氨水(4.2.8)中和至生成沉淀并过量 5 mL,煮沸约 1 min,取下稍静置待沉淀沉降,用中速滤纸过滤,用温水洗涤 2 次~3 次,在漏斗上用热硝酸(4.2.4)溶解沉淀,溶液收集于原烧杯中,用热硝酸(4.2.5)充分洗净滤纸。加入 10 mL 高氯酸(4.2.3),盖上表皿,加热蒸发至高氯酸蒸气沿烧杯内壁呈逆流状态,继续加热约 10 min,待溶液体积约为 5 mL~6 mL 时,取下稍冷,加入约 30 mL 热水,加热溶解盐类并煮沸 1 min~2 min,用快速滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,用热水洗净滤纸,冷却至室温,以水稀释至刻度,混匀。

4.6.3 移取 10.00 mL 溶液(4.6.2)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 亚硫酸氢钠溶液(4.2.11),在沸水浴中加热至溶液无色,加入 25 mL 显色剂溶液(4.2.12.3)再于沸水浴中加热约 15 min,取下,流水冷却至室温,以水稀释至刻度,混匀。

4.6.4 将部分溶液(4.6.3)移入吸收皿中,以水为参比,于分光光度计上 825 nm 波长处测量其吸光度,减去随同试料空白溶液的吸光度得到试料溶液的净吸光度。从校准曲线上查得相应磷的质量。

4.7 校准曲线的绘制

4.7.1 称取与试样量相同克数的钛铁(磷量小于 0.002%)五份,分别置于一组 100 mL 铂皿或聚四氟乙烯烧杯中,分别加入 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 磷标准溶液(4.2.13),以下按 4.6.1 自盖上表皿起至 4.6.3 止进行。

4.7.2 将部分溶液(4.7.1)移入吸收皿中,于分光光度计上 825 nm 波长处,以水为参比,测量其吸光度。

4.7.3 校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零浓度溶液的吸光度,为磷校准曲线系列溶液的净吸光

度,以磷的质量(μg)为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.8 分析结果的计算

按式(2)计算试样中磷的含量(质量分数) $w(\text{P})$,数值以%表示:

$$w(\text{P}) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得的磷的质量,单位为微克(μg);
- V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g);
- V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

4.9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表4 允许差 %

磷含量(质量分数)	允许差
0.010~0.040	0.006
>0.040~0.080	0.008
>0.080~0.150	0.010

5 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本部分规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作,或者任选的操作。

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT

专业光度计系列生产厂家
中华人民共和国
国家标准

钛铁 磷含量的测定
铋磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法

GB/T 4701.7—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009年10月第一版 2009年10月第一次印刷

*

书号:155066·1-38839 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 4701.7—2009