



中华人民共和国国家标准

GB 5687.3—85

铬铁化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量

Methods for chemical analysis of ferrochromium
The molybdenum blue photometric method for
the determination of phosphorus content

1985-12-04 发布

1986-10-01 实施

国家标准局 批准

铬铁化学分析方法
钼蓝光度法测定磷量

Methods for chemical analysis of ferrochromium
The molybdenum blue photometric method for
the determination of phosphorus content

本标准适用于铬铁及氯化铬铁中磷量的测定。测定范围： $<0.15\%$ 。
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准总则及一般规定》。
本标准等效采用日本工业标准JIS G 1313/1978《铬铁分析方法》。

1 方法提要

试样用高氯酸分解或者用碱熔融，使磷氧化成正磷酸，用高氯酸和氯化钠除去铬，以亚硫酸氢钠将铁还原，加入钼酸铵和硫酸胍，使之反应生成磷钼蓝，于分光光度计上测量其吸光度。

2 试剂

- 2.1 过氧化钠。
- 2.2 氯化钠干燥后使用。
- 2.3 盐酸 ($\rho 1.19\text{g/ml}$)。
- 2.4 溴饱和盐酸。
- 2.5 盐酸 (1 + 1)。
- 2.6 高氯酸 ($\rho 1.67\text{g/ml}$)。
- 2.7 硫酸 (1 + 1)。
- 2.8 氢氧化铵 ($\rho 0.90\text{g/ml}$)。
- 2.9 氢氧化铵 (1 + 50)。
- 2.10 三氯化铁溶液 (1%)。
- 2.11 亚硫酸氢钠溶液 (10%)。
- 2.12 显色剂溶液。

2.12.1 称取20g钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶解在100ml温水中，然后加700ml硫酸 (2.7)，冷却后用水稀释至1L，混匀。

2.12.2 称取1.5g硫酸胍，溶解于水中，并稀释至1L，混匀。

2.12.3 使用时取25ml钼酸铵溶液 (2.12.1)、10ml硫酸胍溶液 (2.12.2) 及65ml水混匀。每次使用25ml。

2.13 磷标准溶液：称取0.4394g预先在105℃烘至恒量并保存于干燥器中的磷酸二氢钾(KH_2PO_4)，用适量水溶解，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg磷。

3 仪器

分光光度计。

4 试样