



中华人民共和国国家标准

GB 223.3—88

钢铁及合金化学分析方法 二安替比林甲烷磷钼酸重量法测定磷量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The dianitopyryl methane phosphomolybdate gravimetric method
for the determination of phosphorus content

1988-01-18 发布

1989-02-01 实施

国家标准局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 二安替比林甲烷磷钼酸重量法测定磷量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The diantipyryl methane phosphomolybdate gravimetric method
for the determination of phosphorus content

UDC 669.14/.15
:543.06

GB 223.3—88

代替 GB 223.3—81
方法一

本标准适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金中磷量的测定。测定范围：0.01%~0.80%。
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

磷在 0.24~0.60 mol/l 盐酸溶液中，加入二安替比林甲烷、钼酸钠混合沉淀剂，生成二安替比林甲烷磷钼酸沉淀 $[(C_{12}H_{11}N_2O_2)_2H_2P(Mo_7O_{21})_2]$ 。当溶液中共存 360 mg 镍、175 mg 锰、80 mg 铝、50 mg 钴、30 mg 钒、20 mg 铁、5 mg 铬、3 mg 铈不干扰测定。硅大于 80 μ g 用氢氟酸处理。铁、铬、钒在 EDTA 存在下用硫酸铍作载体，氢氧化铵沉淀分离后不干扰测定；含钨试样以草酸络合钨，用上述方法氢氧化铵两次分离；铌、钽的干扰用铜铁试剂分离；砷、锡用氢溴酸挥除。

2 试剂

- 2.1 草酸：固体。
- 2.2 硫酸铵：固体。
- 2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)：固体。
- 2.4 高氯酸(ρ 1.67 g/ml)。
- 2.5 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。
- 2.6 盐酸(ρ 1.19 g/ml)。
- 2.7 盐酸(1+1)。
- 2.8 盐酸(4+96)。
- 2.9 盐酸(0.5+100)。
- 2.10 盐酸-硝酸混合酸：三份盐酸(2.6)和一份硝酸(2.5)混合。
- 2.11 盐酸-氢溴酸混合酸：二份盐酸(2.6)和一份氢溴酸(ρ 1.49 g/ml)混合。
- 2.12 氢氟酸(1+2)。
- 2.13 硫酸(1+1)。
- 2.14 氢氧化铵(ρ 0.90 g/ml)。
- 2.15 氢氧化铵(5+95)。
- 2.16 过氧化氢(1+1)。
- 2.17 硫酸铍($BeSO_4 \cdot 4H_2O$)溶液(2%)：称取 10 g 试剂用适量水溶解，加入 10 ml 硫酸(2.13)，用水稀释至 500 ml 混匀。
- 2.18 铜铁试剂溶液(6%)。
- 2.19 混合沉淀剂：42 ml 5%钼酸钠溶液、41 ml 盐酸(2.6)、17 ml 5%二安替比林甲烷盐酸(4+96)