

中华人民共和国国家标准

五氧化二钒化学分析方法  
共沉淀-萃取钼蓝分光光度法  
测定磷量

UDC 661.888.22  
:543.062

GB 7315.4-87

Methods for chemical analysis of vanadium pentoxide  
The co-precipitation-extraction molybdenum blue  
spectrophotometric method for the determination  
of phosphorus content

本标准适用于五氧化二钒中磷量的测定。测定范围：0.010~0.400%。  
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

试样以硫酸分解，用高锰酸钾将磷氧化为正磷酸，用EDTA络合钒、铁等元素。在氨性溶液中，以铍捕集磷，与钒、铁等元素分离。在0.8~1.2mol/L浓度硝酸中，钼酸铵与磷形成磷钼杂多酸，用正丁醇-三氯甲烷萃取，再用氯化亚锡还原成磷钼蓝并反萃取至水相，借此进行分光光度法测定。

## 2 试剂

- 2.1 乙二胺四乙酸二钠 ( $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$ )，固体。
- 2.2 氢氧化铵 ( $\rho$ , 0.9g/ml)。
- 2.3 氢氧化铵 (1+19)。
- 2.4 硫酸 (1+1)。
- 2.5 硝酸 (1+1)：将硝酸 ( $\rho$ , 1.42g/ml) 煮沸 3~5 min 驱尽氮的氧化物后配制。
- 2.6 高锰酸钾溶液 (4%)。
- 2.7 亚硫酸钠溶液 (10%)。
- 2.8 硫酸铍溶液 (2%)。
- 2.9 盐酸羟胺溶液 (10%)。
- 2.10 钼酸铵溶液 (10%)。
- 2.11 正丁醇-三氯甲烷混合液 (1+3)。
- 2.12 氯化亚锡溶液 (1%)：称取1g氯化亚锡 ( $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ ) 置于干烧杯中，加入8ml盐酸 ( $\rho$ , 1.19g/ml) 溶解后，加水稀释至100ml，混匀。使用时配制。
- 2.13 磷标准溶液
  - 2.13.1 称取0.4394g 预先在 105~110℃ 烘 2h 并于干燥器中冷却至室温的优级纯磷酸二氢钾置于 250 ml 烧杯中，加水溶解后移入 1000ml 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 100 $\mu$ g 磷。
  - 2.13.2 移取 10.00ml 磷标准溶液 (2.13.1) 置于 100ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 10 $\mu$ g 磷。

**3 仪器**

分光光度计。

**4 试样**

**4.1** 试样应通过0.125mm筛孔。

**4.2** 试样在105~110℃烘2h,置于干燥器中冷却至室温。

**5 分析步骤****5.1 试样量**

按表1称取试样。

表1

磷量, %	称样量, g	比色皿, cm	绘制工作曲线时移取磷标准溶液 (2.13.2) 量, ml
0.010~0.050	0.2500	2	0、0.40、0.80、1.20、1.60
0.050~0.100		1	0、0.50、1.00、2.00、3.00
0.100~0.200		0.5	0、1.00、2.00、4.00、6.00
0.200~0.400	0.1250		

**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250ml高型烧杯中,加入10ml硫酸(2.4),置于电炉上小心加热至冒硫酸烟1~2min,使试样全部分解,取下冷却。

**5.3.2** 加入适量水,滴加高锰酸钾溶液(2.6)至呈现稳定紫红色后再过量1~3滴,置于电炉上煮沸1~2min,取下,滴加亚硫酸钠溶液(2.7)至溶液呈现蓝色。

**5.3.3** 加入10ml硫酸铍溶液(2.8)、3g EDTA(2.1),用氢氧化铵(2.2)调至恰为中性再过量10ml,使体积约为100ml,加热煮沸1min,取下冷却,用中速定量滤纸过滤,以氢氧化铵(2.3)洗涤烧杯沉淀及滤纸5~8次,再用水洗二次。

**5.3.4** 沉淀用30ml热硝酸(2.5)溶解于原烧杯中,用水洗净滤纸,加热煮沸1~2min,取下冷却至室温,移入100ml容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

**5.3.5** 移取10.00ml溶液于125ml分液漏斗中,加入2ml盐酸羟胺溶液(2.9)、4ml硝酸(2.5),以水稀释至体积约为45ml,混匀。

**5.3.6** 加入20ml正丁醇-三氯甲烷混合液(2.11)和6ml钼酸铵溶液(2.10),充分振荡1min。

**5.3.7** 静置分层后,将有机相移入另一个125ml分液漏斗中。

**5.3.8** 向第一个分液漏斗再加入5ml正丁醇-三氯甲烷混合液(2.11),充分振荡0.5min。

**5.3.9** 静置分层后,将有机相合并于第二个分液漏斗中,加入20.00ml氯化亚锡溶液(2.12)振荡15次,静置分层后,弃去有机相。

**5.3.10** 将部分水相按表1移入适当的比色皿中,以水作参比,于分光光度计上,波长700nm处测

量其吸光度。

5.3.11 将测得的吸光度减去随同试样空白的吸光度，从工作曲线上查得相应的磷量。

#### 5.4 工作曲线的绘制

按表 1 移取磷标准溶液 (2.13.2)，分别移入 125ml 分液漏斗中，加入 2ml 盐酸羟胺溶液 (2.9)、7ml 硝酸 (2.5)，以水稀释至体积约为 45ml，混匀。以下按 5.3.6 到 5.3.10 分析步骤进行，减去试剂空白的吸光度，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：

$$P(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中： $m_1$  —— 从工作曲线上查得的磷量，g；

$V_0$  —— 试样总体积，ml；

$V_1$  —— 分取试液体积，ml；

$m_0$  —— 试样量，g。

### 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

%

磷 量	允 许 差
0.010~0.040	0.004
>0.040~0.100	0.006
>0.100~0.200	0.010
>0.200~0.400	0.015

#### 附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由锦州铁合金厂负责起草。

本标准由上海第二冶炼厂起草。

本标准主要起草人王恩真、卢美德。