



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.22—2013  
代替 GB/T 4325.24—1984

---

## 钼化学分析方法 第 22 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of molybdenum—  
Part 22: Determination of phosphorus content—  
Molybdenum blue spectrophotometry

2013-05-09 发布

2014-02-01 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
钼化学分析方法  
第 22 部分:磷量的测定  
钼蓝分光光度法

GB/T 4325.22—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:010-51780168

010-68522006

2013 年 6 月第一版

\*

书号:155066·1-47284

版权专有 侵权必究

## 前 言

GB/T 4325《钼化学分析方法》分为 26 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 6 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 第 20 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 22 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法；
- 第 24 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 26 部分：铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 22 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4325.24—1984《钼化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》。本部分与 GB/T 4325.24—1984 相比，主要技术变化如下：

- 标准名称由“钼蓝光度法测定磷量”改为“磷量的测定 钼蓝分光光度法”；
- 将“测定次数”中的“三次”改为“两次”；
- 方法提要中增加了“三氧化钼及钼酸铵不经酸溶，直接用氢氧化铵溶解”和“将磷氧化为正磷酸”；将“0.75~1.2 N”改为“0.4 mol/L~0.6 mol/L”；
- 分析步骤内容变化：将表 1 中“含磷量>0.001%~0.002%”改为“含磷量>0.001%~0.005%”；“含磷量>0.002%~0.010%”改为“含磷量>0.005%~0.010%”；试样进行分类

溶解；

——增加了精密度条款；

——增加了前言及试验报告内容，并对标准格式进行了编辑性修改。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：西北有色金属研究院、西部材料股份有限公司、北京矿冶研究总院、株洲硬质合金集团有限公司。

本部分起草人：李波、孙宝莲、杨平平、周恺、王晓艳、张斌、高颖剑、杨军红、姜求稻、陈道范。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.24—1984。

# 钼化学分析方法

## 第 22 部分:磷量的测定

### 钼蓝分光光度法

#### 1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼粉、钼条、三氧化钼及钼酸铵中磷量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼及钼酸铵中磷量的测定。测定范围:0.000 2%~0.018 0%。

#### 2 方法提要

试样以硝酸-硫酸混合酸分解,用氢氧化铵将钼酸溶解(三氧化钼及钼酸铵可不经酸溶,直接用氢氧化铵溶解),以过氧化氢将磷氧化为正磷酸并络合钼、铁等元素,然后加入钼酸铵,使磷与钼酸铵形成磷钼杂多酸,在 0.4 mol/L~0.6 mol/L 的硫酸介质中,用正丁醇-三氯甲烷混合溶剂萃取,以氯化亚锡还原成磷钼蓝,于 620 nm 波长处测量其吸光度。

#### 3 试剂

除非另有说明外,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 正丁醇。
- 3.2 氢氧化铵( $\rho=0.90$  g/mL)。
- 3.3 过氧化氢(1+9)。
- 3.4 硫酸(1+5)。
- 3.5 氯化亚锡溶液(100 g/L):用盐酸(1+1)配制。
- 3.6 钼酸铵溶液(100 g/L):100 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 1 000 mL 水中,过滤,备用。
- 3.7 正丁醇-三氯甲烷混合萃取液:3 体积三氯甲烷与 1 体积正丁醇(3.1)相混合。
- 3.8 硝酸-硫酸混合酸:50 mL 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)及 5 mL 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL),加入 45 mL 水中,混匀。
- 3.9 磷标准贮存溶液:准确称取 0.439 3 g 预先在 105 °C~110 °C 烘 1 h 的磷酸二氢钾基准试剂,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,完全溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  磷。
- 3.10 磷标准溶液:移取 5.00 mL 磷标准贮存溶液(3.9),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu\text{g}$  磷。

#### 4 试样

钼条应粉碎并通过 0.75 mm 的标准筛网。

#### 5 仪器

分光光度计。