



中华人民共和国国家标准

GB 7315.4—87

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

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

1987-02-27 发布

1988-01-01 实施

国家标准局 发布

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 (ρ , 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 (ρ , 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 (ρ , 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250ml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1ml含100 μ 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1ml含10 μ g磷。