



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.24—2012
代替 GB/T 4324.24—1984

钨化学分析方法 第 24 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 24: Determination of phosphorus content—
Molybdenum blue photometry

2012-12-31 发布

2013-10-01 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

前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和丁二酮肟重量法；
- 第 9 部分：镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱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 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定 重量法；
- 第 15 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 16 部分：灼烧损失量的测定 重量法；
- 第 17 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法；
- 第 20 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 21 部分：铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 22 部分：锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法；
- 第 24 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 25 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法；
- 第 26 部分：氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法；
- 第 27 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 28 部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 24 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 4324.24—1984《钨化学分析方法 铍为载带沉淀剂-钼蓝光度法测定磷量》。本部分与 GB/T 4324.24—1984 相比，主要技术变化如下：

- 增加了碳化钨、蓝钨、紫钨、偏钨酸铵等样品种类；
- 硫酸铍的浓度及用量从“20 g/L”、“10 mL”改为“15 g/L”、“8 mL”；
- 沉淀煮沸时间由“5 min”改为“1 min”；
- 测定方法取消了正丁醇-三氯甲烷的萃取步骤，改为以酒石酸为掩蔽剂，以抗坏血酸为还原剂，

GB/T 4324.24—2012

直接磷钼蓝显色测定。

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:株洲硬质合金集团有限公司、厦门钨业股份有限公司、西部金属材料股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分主要起草人:张颖、易建波、陈道范、彭宇、杨建国、张江峰、王彩云、林惠蓉、李佗。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4324.24—1984。

钨化学分析方法

第 24 部分：磷量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵中磷含量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵中磷含量的测定。测定范围为0.000 2%~0.018%。

2 方法提要

钨粉、钨条、细(中)颗粒碳化钨用过氧化氢分解；蓝钨用过氧化氢及氢氧化钾分解；三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵用氢氧化钾分解；紫钨、粗颗粒碳化钨氧化成三氧化钨后用氢氧化钾分解。在氨性溶液中，以 EDTA 络合铁、锰、铜、镁等杂质，以铍盐为载体沉淀磷，与钴、锰、铁、钙、镁等杂质分离。在硫酸介质中，以酒石酸掩蔽砷等干扰元素，以钼酸铵为显色剂，使磷与钼酸铵形成磷钼黄杂多酸，以抗坏血酸为还原剂，使磷钼黄还原为磷钼蓝有色配合物，测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，所用水均为二次蒸馏水。

- 3.1 过氧化氢($\rho=1.10\text{ g/mL}$)，优级纯。
- 3.2 氨水($\rho=0.90\text{ g/mL}$)，优级纯。
- 3.3 EDTA 溶液(20 g/L)。
- 3.4 氢氧化钾溶液(200 g/L)。
- 3.5 硫酸(1+5)。
- 3.6 硫酸溶液[$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.95\text{ mol/L}$]。
- 3.7 硫酸溶液[$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.80\text{ mol/L}$]。
- 3.8 硫酸铍溶液(30 g/L)：称取 27 g 硫酸铍于 1 000 mL 烧杯中，加入 800 mL 硫酸溶液[$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.60\text{ mol/L}$]，移入 1 000 mL 分液漏斗中，加 50 mL 钼酸铵溶液(100g/L)，放置 10 min，加 50 mL 正丁醇，振荡 1 min，加 100 mL 正丁醇-三氯甲烷混合液(1+3)，萃取 3 min。静置分层，弃去有机相，重复萃取直至以氯化亚锡溶液(100 g/L)检查有机相无蓝色为止。将水相移入试剂瓶中。
- 3.9 硫酸铍溶液(15 g/L)：量取 100 mL 硫酸铍溶液(3.8)，用水稀释至 200 mL，混匀。
- 3.10 酒石酸溶液(100 g/L)，优级纯。
- 3.11 钼酸铵溶液(25 g/L)，优级纯，过滤后使用。
- 3.12 抗坏血酸溶液(10 g/L)：称取 1 g 抗坏血酸于 200 mL 烧杯中，用 100 mL 乙醇溶液(1+1)溶解。用时现配。