



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8647.4—2006  
代替 GB/T 8647.4—1988

---

## 镍化学分析方法 磷量的测定 钼蓝分光光度法

The methods for chemical analysis of nickel  
—Determination of phosphorous content  
—Molybdenum blue spectrophotometric method

2006-09-26 发布

2007-02-01 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

## 前 言

GB/T 8647《镍化学分析方法》共分为如下 10 部分：

GB/T 8647.1 《镍化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法》；

GB/T 8647.2 《镍化学分析方法 铝量的测定 电热原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.3 《镍化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法》；

GB/T 8647.4 《镍化学分析方法 磷量的测定 钼蓝分光光度法》；

GB/T 8647.5 《镍化学分析方法 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.6 《镍化学分析方法 镉、钴、铜、锰、铅、锌量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.7 《镍化学分析方法 砷、铋、铊、锡、铅量的测定 电热原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.8 《镍化学分析方法 硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》；

GB/T 8647.9 《镍化学分析方法 碳量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》；

GB/T 8647.10 《镍化学分析方法 砷、镉、铅、锌、铋、铊、锡、钴、铜、锰、镁、硅、铝、铁量的测定 发射光谱法》。

本部分为第 4 部分。

本部分代替 GB/T 8647.4—1988《镍化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量》。与 GB/T 8647.4—1988 相比，本部分主要有如下变动：

——对文本格式进行了修订；

——补充了质量保证和控制条款，增加了重复性条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由北京矿冶研究总院、成都电冶厂起草。

本部分主要起草人：李华昌、阴东霞、邓阳修、刘春华。

本部分主要验证人：刘海东、喻生洁、文占杰、高泽祥。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8647.4—1988。

# 镍化学分析方法

## 磷量的测定 钼蓝分光光度法

### 1 范围

本部分规定了镍中磷含量的测定方法。

本部分适用于镍中磷含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.03%。

### 2 方法提要

试料溶于硝酸,用高锰酸钾氧化磷,在酸性溶液中,磷(V)与钼酸铵所形成的磷钼杂多酸络合物被正丁醇-三氯甲烷混和溶剂萃取,用氯化亚锡还原成磷钼蓝,于分光光度计波长 620 nm 处测量其吸光度。

### 3 试剂

3.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),优级纯。

3.4 高氯酸( $\rho$ 1.66 g/mL),优级纯。

3.5 高氯酸(1+1)。

3.6 高氯酸(1+9)。

3.7 正丁醇。

3.8 三氯甲烷。

3.9 混和萃取剂:三份三氯甲烷与一份正丁醇混和。

3.10 钼酸铵溶液(100 g/L):称取 10 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ (优级纯)溶于 80 mL 热水中,冷却。用水稀释至 100 mL,混匀,过滤后使用。

3.11 氯化亚锡溶液(40 g/L):称取 4 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )(优级纯)溶于 20 mL 盐酸(3.3),用水稀释至 100 mL,混匀。用时配制。

3.12 高锰酸钾溶液(30 g/L)。

3.13 磷标准贮存溶液:称取 0.737 0 g 磷酸氢二钾( $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  磷。

3.14 磷标准溶液:移取 10.00 mL 磷标准贮存溶液(3.13)于 500 mL 容量瓶中,以水定容,混匀。此溶液 1 mL 含 2  $\mu\text{g}$  磷。

### 4 仪器

分光光度计。

### 5 分析步骤

#### 5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。