

电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝光度法测定磷

UDC 669.296-492
.2:543.42
:546.18
GB 3256.4-82

Chemical analysis of zirconium powder
for electro-vacuum uses
The molybdenum blue photometric
method for determination of phosphorus

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》。

本标准适用于电真空用锆粉中磷量的测定。测定范围：0.001~0.010%。

1 方法提要

试样用硝酸、氢氟酸分解，以硼酸掩蔽氟离子，用高锰酸钾将亚磷酸氧化为磷酸。在硝酸介质中，磷酸离子与钼酸铵形成磷钼黄杂多酸，用正丁醇—三氯甲烷混合溶液萃取，以氯化亚锡将磷钼黄还原为磷钼蓝并反萃取到水相中。于分光光度计700nm处测量其吸光度。

锆基体无干扰。待测溶液中含砷、钛、铌、铜、镍各1000微克不干扰测定。

2 试剂

2.1 氢氟酸（市售40%）：高纯。

2.2 盐酸（比重1.19）。

2.3 硼酸饱和溶液。

2.4 硝酸（1+1）：将硝酸（比重1.42）煮沸3~5分钟驱尽氮的氧化物后配制。

2.5 高锰酸钾溶液（4%）。

2.6 亚硝酸钠溶液（10%）。

2.7 钼酸铵溶液（10%）。

2.8 氯化亚锡溶液（1%）：称取1克氯化亚锡，置于干燥烧杯中，加入8毫升盐酸（2.2）溶解，用水稀释至100毫升，混匀。用时现配。

2.9 正丁醇—三氯甲烷混合溶液（1+3）。

2.10 磷标准溶液：

2.10.1 称取0.4394克预先在105~110℃烘干2小时的磷酸二氢钾（优级纯），置于250毫升烧杯中，用水溶解，移入1000毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含100微克磷。

2.10.2 移取10.00毫升磷标准溶液（2.10.1），置于100毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含10微克磷。

3 分析步骤

3.1 称取0.2000克试样置于100毫升铂皿中。随同试样做空白。

3.2 加入7毫升硝酸（2.4）、0.8~1毫升氢氟酸（2.1），待反应停止后加热使试样溶解。

3.3 加入15毫升硼酸饱和溶液（2.3），滴加高锰酸钾溶液（2.5）至试液呈紫红色并过量3~5滴，加热煮沸2~3分钟，滴加亚硝酸钠溶液（2.6）至紫红色消失，继续煮沸3~5分钟驱尽氮的氧化物。

3.4 取下冷却至室温,移入100毫升分液漏斗中,使溶液体积约为45毫升。

3.5 加入25毫升正丁醇—三氯甲烷混合溶液(2.9)、6毫升钼酸铵溶液(2.7),振荡1分钟,静置分层。

3.6 将有机相移入另一个100毫升分液漏斗中,加入15.00毫升氯化亚锡溶液(2.8),振荡15秒,静置分层,弃去有机相。

3.7 将部分水相移入1厘米比色皿中,以随同试样空白为参比,于分光光度计700nm处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的磷量。

4 工作曲线的绘制

移取0.00、0.20、0.50、1.00、1.50、2.00毫升磷标准溶液(2.10.2),分别置于一组100毫升铂皿中,加入7毫升硝酸(2.4)、0.8~1毫升氢氟酸(2.1)和15毫升硼酸饱和溶液(2.3),放置5~10分钟。移入100毫升分液漏斗中使溶液体积约为45毫升,以下从分析步骤3.5条开始进行。以试剂空白为参比,测量其吸光度。以磷量为横坐标、吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算磷的百分含量:

$$P(\%) = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的磷量,克;

m ——称样量,克。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
含 磷 量	允 许 差	
0.0010~0.0030	0.0006	
>0.0030~0.0060	0.0010	
>0.0060~0.0100	0.0015	

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。

本标准主要起草人狄凤桐、吉艳秋。