

金属铬化学分析方法
钼蓝光度法测定磷量

UDC 669.26:543
.4:546.18

GB 4702.3—84

Methods for chemical analysis of chromium metal
The molybdenum blue photometric method for
the determination of phosphorus content

本标准适用于金属铬中磷量的测定。测定范围：0.002~0.040%。

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

试样用高氯酸溶解，并加热至冒白烟使磷氧化成正磷酸，用高氯酸和氯化钠挥发铬，然后用亚硫酸氢钠还原铁，磷与钼酸铵和硫酸胼反应生成钼蓝，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 氯化钠，烘干后使用。

2.2 高氯酸（比重1.67）。

2.3 盐酸（比重1.19）。

2.4 亚硫酸氢钠溶液（10%）。

2.5 显色剂溶液：

2.5.1 称取20g钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，溶解于100ml温水中，加入700ml硫酸(1+1)，冷却至室温，以水稀释至1000ml，混匀。

2.5.2 称取1.5g硫酸胼，溶于水后稀释至1000ml，混匀。

2.5.3 使用时取25ml (2.5.1) 溶液、10ml (2.5.2) 溶液及65ml水，混匀。每次使用25ml。

2.6 磷标准溶液：

2.6.1 称取0.4394g预先在110℃烘至恒量并保存于干燥器中的磷酸二氢钾 (KH_2PO_4)，用水溶解后移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg磷。

2.6.2 移取25.00ml磷标准溶液 (2.6.1)，置于500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5μg磷。

3 仪器

分光光度计。

4 试样

试样应通过1.68mm筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

按表1称取试样。