

高温合金化学分析方法
正丁醇——三氯甲烷萃取吸光
光度法测定磷含量

HB 5220.8—95

代替 HB 5220.4(2)—82

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用正丁醇——三氯甲烷萃取吸光光度法测定高温合金中磷含量的方法提要、试剂、分析步骤、工作曲线的绘制、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于高温合金中磷含量的测定。

测定范围：0.001%~0.05%。

2 引用标准

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

HB 5421--89 金属材料化学分析方法总则及一般规定

HB/Z 205—91 钢和高温合金化学分析用试样的取样规范

3 方法提要

试样用酸溶解，试液经高氯酸氧化后，磷被全部氧化成正磷酸。在 1.0~1.8mol/L 硝酸介质中，磷与钼酸铵生成磷钼杂多酸，可被正丁醇——三氯甲烷混合溶剂萃取，然后以氯化亚锡将磷钼杂多酸还原成钼蓝，并反萃取入水相，于 680nm 波长处测量其吸光度，从工作曲线上查得磷量。

元素铬经冒高氯酸烟滴加盐酸而挥去。铁、镍、钴、钛和铌等共存元素用碱分离而除去。钒的干扰以硫酸亚铁还原后可消除。钨的干扰可采用柠檬酸络合和抵消法来消除。

本标准在实施中应遵守 HB 5421 和 HB/Z 205 的有关规定。

4 试剂

4.1 盐酸：优级纯， ρ 1.19g/mL。

4.2 硝酸：优级纯， ρ 1.42g/mL。

4.3 硝酸：1+1。用硝酸(4.2)煮沸 3~5min 除去二氧化氮，冷却后配制。

4.4 高氯酸：优级纯， ρ 1.67g/mL。

4.5 氢氧化钠：优级纯，固体。

4.6 氢氧化钠：15%溶液，贮于塑料瓶中。