

钢铁及合金化学分析方法  
乙酸丁酯萃取光度法测定磷量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The butyl acetate extraction photometric method  
for the determination of phosphorus content

UDC 669.14/.15  
543.06

GB 223.62—88

代替 GB 223.3—81  
方法三

本标准适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金、精密合金中磷量的测定。测定范围 0.001%~0.05%。

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》。

本标准遵守 GB 7729—87《冶金产品化学分析 分光光度法通则》。

### 1 方法提要

在 0.65~1.63 mol/l 硝酸介质中，磷与钼酸铵生成的磷钼杂多酸可被乙酸丁酯萃取，用氯化亚锡将磷钼杂多酸还原并反萃取至水相，于波长 680 nm 处，测量其吸光度。

在萃取溶液中含 2.5 μg 锆，20 μg 砷，25 μg 铈、钼，50 μg 钛，500 μg 钼，1.5 mg 钨，2 mg 铜，3 mg 钴，5 mg 铬、铝，50 mg 镍不干扰测定。

超出上述限量，砷用盐酸、氢溴酸驱除；钒用亚铁还原；锆以氢氟酸掩蔽；铬氧化成高价后加盐酸挥发除去；钨在 EDTA 碱性溶液中以钼作载体将磷沉淀分离；铈、钛、锆、钼用铜盐试剂、三氯甲烷萃取除去。

### 2 试剂

- 2.1 草酸：固体。
- 2.2 铜铁试剂：固体。
- 2.3 硼酸：固体。
- 2.4 乙酸丁酯。
- 2.5 三氯甲烷。
- 2.6 氢溴酸(ρ 1.49 g/ml)。
- 2.7 高氯酸(ρ 1.67 g/ml)。
- 2.8 盐酸(ρ 1.19 g/ml)。
- 2.9 盐酸(1+5)。
- 2.10 硝酸(1+2)。
- 2.11 硝酸(1+2)，用硝酸(ρ 1.42 g/ml)煮沸除去二氧化氮冷却后配制。
- 2.12 硫酸(1+2)。
- 2.13 氢氟酸(1+10)。
- 2.14 氢氧化铵(ρ 0.90 g/ml)。
- 2.15 氢氧化铵(1+50)。
- 2.16 硫酸亚铁溶液(5%)：每 100 ml 中含 1 ml 硫酸(1+1)。

- 2.17 亚硝酸钠溶液(10%)。
- 2.18 硼酸溶液(2%)。
- 2.19 钼酸铵溶液(10%)。
- 2.20 氯化亚锡溶液(1%):称取1g氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于8ml盐酸(2.8)中,用水稀释至100ml,用时现配。
- 2.21 硫酸铵溶液(2%):用硫酸(1+100)配制。
- 2.22 乙二胺四乙酸二钠(简称EDTA)溶液(10%)。
- 2.23 铜铁试剂溶液(6%)。
- 2.24 磷标准溶液
- 2.24.1 称取0.4393g基准磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) (预先经105℃烘干至恒量),用适量水溶解,加入10ml硝酸( $\rho$  1.42 g/ml),移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1ml含100 $\mu\text{g}$ 磷。
- 2.24.2 移取20.00ml磷标准溶液(2.24.1),置于1000ml容量瓶中,加5ml硝酸( $\rho$  1.42 g/ml),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含2 $\mu\text{g}$ 磷。

### 3 分析步骤

#### 3.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

含量范围, %	0.001~0.01	0.01~0.03	0.03~0.05
试样量, g	1.000	0.300 0	0.200 0
加硝酸(2.10), ml	40	25	20
加高氯酸(2.7), ml	15	10	8

#### 3.2 空白试验

随同试样做空白试验。

#### 3.3 测定

##### 3.3.1 试样溶样

###### 3.3.1.1 一般试样

将试样(3.1)置于锥形瓶中,按表1加入硝酸,加热溶解[不能溶解的试样可加10~15ml盐酸(2.8)助溶],按表1加入高氯酸,加热蒸发冒烟至锥形瓶内部透明并回流5~6min(试样中含锰超过2%时多加7~8ml高氯酸,蒸发冒烟至锥形瓶内部透明并回流20~25min),蒸发至近干,冷却。

###### 3.3.1.2 含铬量超过50mg试样

按3.3.1.1溶样,蒸发至冒烟,铬氧化成六价后,滴加2~3ml盐酸(2.8)挥发,重复操作2~3次,继续蒸发至锥形瓶内部透明并回流3~4min并蒸发至近干,冷却。

###### 3.3.1.3 含砷超过限量试样

按3.3.1.1溶样蒸发至冒烟,稍冷,加10ml盐酸(2.8)、5ml氢溴酸(2.6)驱砷,继续蒸发至锥形瓶内部透明并回流3~4min,再蒸发至近干,冷却。

##### 3.3.2 盐类的溶解及干扰元素的处理

###### 3.3.2.1 一般试样

加入20ml硝酸(2.10)加热溶解盐类,滴加亚硝酸钠溶液(2.17)至铬还原成低价并过量数滴,煮沸驱除氮氧化物,冷却至室温。将溶液移入100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。