

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法  
磷钒钼黄萃取光度法测定磷量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍铬及镍铬铁合金用磷钒钼黄萃取光度法测定磷量的方法。

本标准适用于镍铬、镍铬铁合金中磷量的测定。测定范围：0.005%—0.030%。

2 引用标准

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定。

3 方法提要

试样用混合酸溶解，在高氯酸—硝酸溶液中。磷与钒酸铵、钼酸铵生成磷钒钼酸盐。以柠檬酸络合砷，用4—甲基—戊酮—2萃取磷钒钼酸盐。测量其收光度。

4 试剂

4.1 盐酸(密度 $\rho$ 1.19 g/ml)。

4.2 硝酸(密度 $\rho$ 1.42 g/ml)。

4.3 高氯酸(密度 $\rho$ 1.67 g/ml)。

4.4 硝酸(1+5)。

4.5 盐酸—硝酸混合酸：盐酸(1)+硝酸(4.2)(1+1)。

4.6 钒酸铵溶液(2.5 g/L)。

4.7 钼酸铵溶液(150 g/L)。

4.8 柠檬酸溶液(500 g/L)。

4.9 亚硝酸钠溶液(50 g/L)。

4.10 4—甲基—戊酮—2。

4.11 镍溶液：称取25 g硝酸镍 $[(\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})]$ 。置于250 ml烧杯中，加水溶解后，移入250 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含20 mg镍。

4.12 铬溶液：称取14 g重铬酸钾置于250 ml烧杯中，加水溶解后，移入250 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含20 mg铬。

4.13 磷标准溶液

4.13.1 称取0.6591 g预先在105℃干燥至恒量的磷酸二氢钾 $(\text{KH}_2\text{PO}_4)$ 溶解于水中，移入1000 ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.15 mg磷。

4.13.2 移取20.00 ml磷标准溶液(4.13.1)，置于200 ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含15  $\mu\text{g}$  磷。

5 分析步骤

### 5.1 试样量

称取试样 0.2500 g。

### 5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

### 5.3 测定

5.3.1 将试样置于 125 ml 三角烧杯中, 加入 5~10 ml 盐酸—硝酸混合酸(4.5), 加热溶解, 加 10 ml 高氯酸(4.3), 蒸发冒烟, 至铬氧化成六价, 加 2~3 ml 盐酸(4.1), 挥铬, 这样反复多次, 直至不再冒黄棕色气体为止, 盖上表面皿, 继续加热使高氯酸烟沿杯壁稳定回流 5~10 min, 冷却, 加 15 ml 水溶解盐类。

5.3.2 如试液中含有硅酸胶等残渣, 需用滤纸过滤, 用热水洗涤 5~6 次, 然后将滤液加热浓缩为 10~15 ml。

5.3.3 加 15 ml 硝酸(4.4), 煮沸 1~2 min, 加 5 ml 亚硝酸钠溶液(4.9), 煮沸并驱除氮氧化物。冷却至室温。

5.3.4 加入 5 ml 钒酸铵溶液(4.6)和 7.5 ml 钼酸铵溶液(4.7), 然后放置 7 min<sup>1)</sup>。将溶液移入 125 ml 带有刻度的分液漏斗中, 以水稀释至 50 ml, 混匀。加 5 ml 柠檬酸溶液(4.8), 混匀。立即加入 20.00 ml 4-甲基-戊酮-2(4.10), 振荡 30 s, 待两相分层后弃去水相, 将有机相移入 3 cm 比色皿中, 以空白试验显色溶液为参比, 于波长 425 nm 处。测量其吸光度, 从工作曲线上查出相应的磷量。

注: 1) 温度 20℃ 时, 放置 7 min, 发色完全。温度低于 20℃ 时, 适当延长放置时间, 如果试样中含有钛和锆时, 需要加氢氟酸 1~2 滴。增加放置时间至 1 h。发色才能完全。

### 5.4 工作曲线的绘制

#### 5.4.1 镍铬合金

在 6 个 125 ml 三角烧杯中, 分别移取 10 ml 镍溶液(4.11)和 2.5 ml 铬溶液(4.12), 分别加入 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml 磷标准溶液(4.13.2), 加入 5 ml 盐酸—硝酸混合酸(4.5)。以下按 5.3.1.~5.3.4 条进行, 以不加磷溶液的显色溶液为参比, 测量其吸光度。绘制工作曲线。

#### 5.4.2 镍铬铁合金

称取 0.060 g 纯铁(含磷小于 0.001%)6 份, 置于 6 个 125 ml 三角烧杯中。分别加入 7 ml 镍溶液(4.11)和 2 ml 铬溶液(4.12)。加入 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml 磷标准溶液(4.13.2)。加入 5 ml 盐酸—硝酸混合酸(4.5), 以下按 5.3.1~5.3.4 条进行, 以不加磷标准溶液的显色溶液为参比溶液, 测量其吸光度, 绘制工作曲线。

## 6 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, g;

$m$ ——试样量, g;

## 7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表中所列允许差。

表		%
磷 含 量	允 许 差	
0.005~0.010	0.002	
>0.010~0.030	0.004	

附加说明：

本标准由机械电子工业部上海电器科学研究所提出并归口。

本标准由机械电子工业部上海电器科学研究所起草。

本标准主要起草人孙慧芳、吴海元。