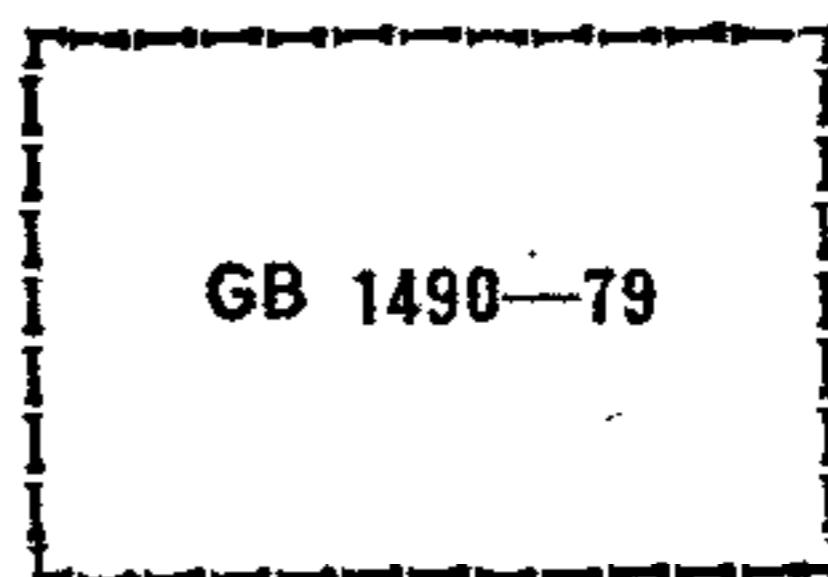


中华人民共和国

国家标准



GB 1490—79

金磷合金化学分析方法

磷量的测定

1. 方法提要

试样用硝酸及盐酸溶解并蒸至近干，加盐酸驱除硝酸，在微酸性介质中用亚硝酸钠还原以分离金，滤液中加入钼酸铵和硫脲，使磷生成磷钼蓝络合物，在波长 680 毫微米处用分光光度法测定磷。

本方法适用于分析金磷合金中不大于 1% 磷。

2. 试剂

盐酸：比重 1.18。

硝酸：比重 1.40。

硫酸：比重 1.84、1:5。

硫酸铜：1% 溶液。

硫脲：10% 溶液。

亚硝酸钠：20% 溶液。

氢氧化钠：10% 溶液。

钼酸铵：5% 溶液。

磷标准溶液：称取 0.2196 克磷酸二氢钾（优级纯）溶于水，移入 1000 毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液每毫升含 50 微克磷。

3. 分析步骤

称取 0.1000 克试样，置于 100 毫升烧杯中，加 4 毫升硝酸，12 毫升盐酸，加热溶解并蒸发至近干。加 3 毫升盐酸蒸发以驱除硝酸，重复三次。加 60 毫升水以溶解残渣，用氢氧化钠溶液调节溶液至 pH6，加热至 70 °C 左右，在搅拌下滴加亚硝酸钠溶液至不再有金的沉淀生成，再过量两滴。加热煮沸 5 分钟，放冷。用致密定性滤纸过滤于 100 毫升容量瓶中，用盐酸酸化水洗涤沉淀 7~8 次，最后用水稀释至刻度，混匀。

吸取 25.00 毫升上述溶液于 50 毫升烧杯中，加热蒸发至 2~3 毫升，冷却。滴加硫酸 (1:5) 使亚硝酸钠分解，直至不再产生棕色气体，再过量两滴，吹入少量水，加热驱除部分酸。再加 10 毫升水，煮沸，充分驱除尽二氧化氮。放冷。转移至 100 毫升容量瓶中，加 4 毫升硫酸 (1:5)、1 毫升硫酸铜溶液，加水至 60 毫升左右，加入 10 毫升硫脲溶液，混匀。加 5 毫升钼酸铵溶液，放置 15 分钟后用水稀释到刻度，混匀。放置 1 小时后，用 1 厘米液槽，于分光光度计波长 680 毫微米处，以试剂空白作参比溶液，测量吸光度。

标准曲线的绘制：吸取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、6.00、8.00 毫升磷标准溶液，分别置于一组 100 毫升容量瓶中。按分析步骤操作并测量吸光度，绘制标准曲线。

磷的百分含量按下式计算：

国家标准总局发布
中华人民共和国冶金工业部 提出

1979年10月1日 实施
冶金工业部贵金属研究所 起草

GB 1490—79

$$P (\%) = \frac{W_1}{W} \times 100$$

式中： W_1 ——试液吸光度在标准曲线上查得的磷量（毫克）；
 W ——所分取的试样重量（毫克）。

4. 允许差

元 素	含 量 (%)	允 许 差 (%)
P	<1%	0.05

附录

难溶铂族金属及其合金试样的封管氯化溶解法

1. 方法提要

试样置于特制硬质玻璃管中，加入盐酸及过氧化氢混合溶剂，在汽油喷灯火焰上熔封玻璃管口，将玻璃管置于 140~300℃ 温度下溶解试样。

本方法适用于铂族金属及其合金在通常条件下难溶或不溶试样的溶解。

2. 试剂及设备

盐酸：比重 1.18。

过氧化氢：30% 溶液。

玻璃封管：用管壁厚 2.5~4 毫米，内径 10~15 毫米的 95 型或 GG-17 型的硬质玻璃管，吹制成如图 1 的形状。

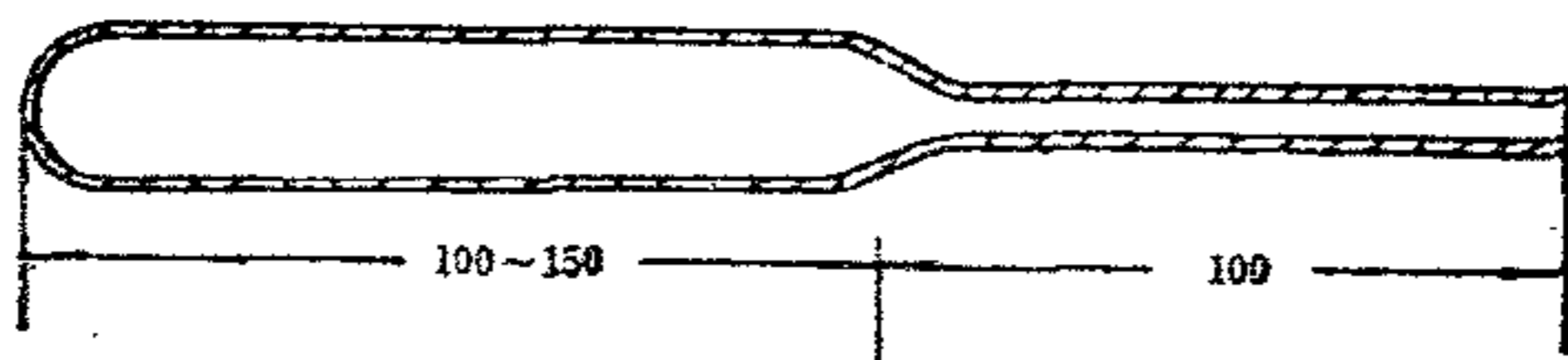
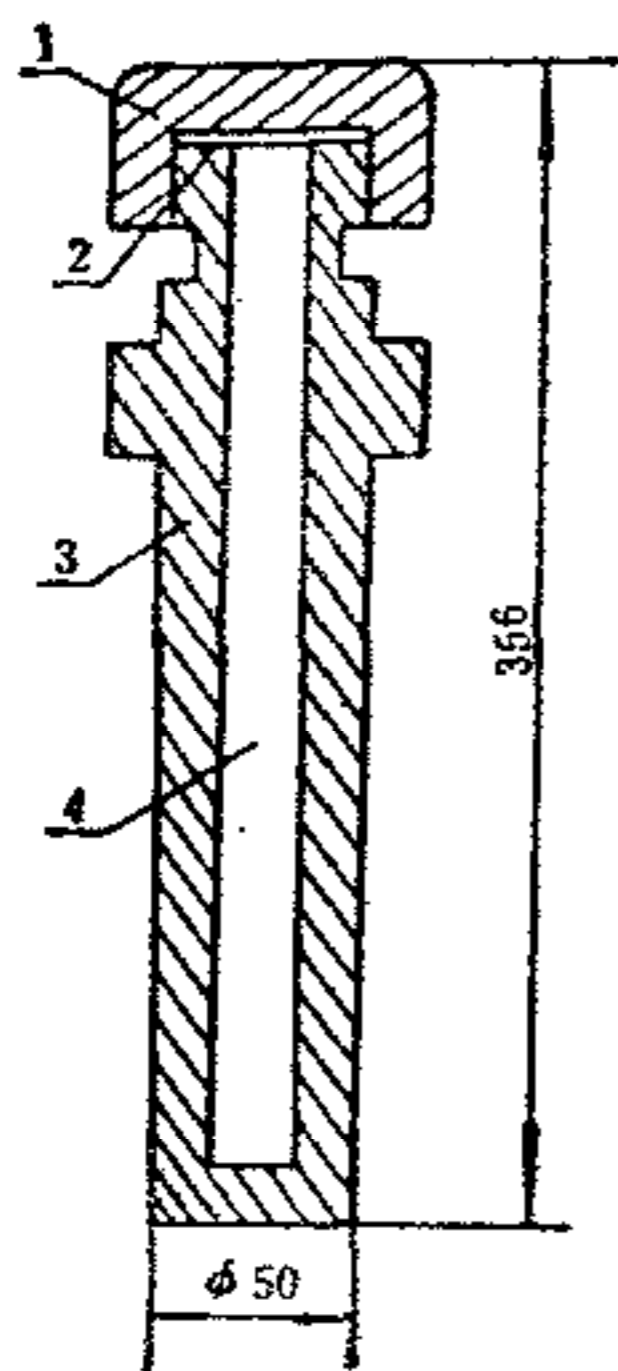


图 1

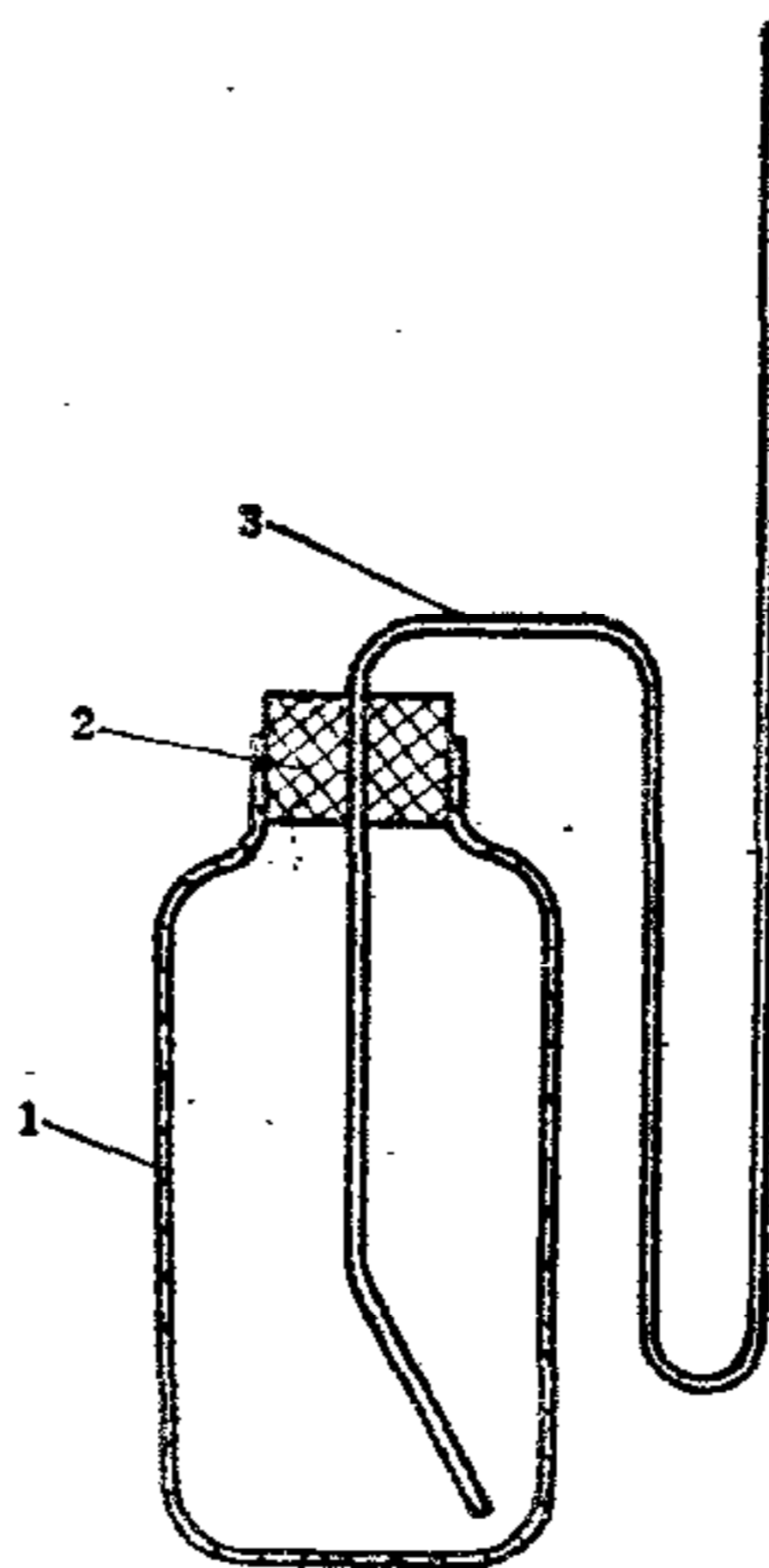
保护钢弹：用中碳钢车制而成，如图 2 的形状。

特制洗瓶：用玻璃管拉成带毛细管的弯管接在软塑料瓶上制成，如图 3 的形状。



1—弹帽；2—紫铜片；3—弹体；4—弹腔

图 2



1—塑料瓶；2—橡皮塞；3—玻璃管

图 3

3. 操作手续

(1) 除铍及钷化铍以外的铂族金属及合金的溶解: 称取金属或合金试样置于如图 1 的玻璃管中, 先加入 5~10 毫升盐酸, 然后在封管之前, 按盐酸—过氧化氢为 5:1 的体积比例小心地顺管壁加入 1~2 毫升过氧化氢。左手握玻璃管, 立即将管身浸入冰水中, 使混合溶剂不致产生剧烈反应, 用氧气—汽油喷灯火焰逐渐加热熔颈口玻璃, 转动玻璃管, 用镊子夹封管口并把多余熔融玻璃去掉。继续以高温加热管头并适当调整管身浸入冰水中的深浅程度, 使管子头部玻璃熔融收缩成圆弧形封口。从冰水中移出封好的管子, 将火焰温度降低 (关闭氧气) 使管子封口退火 1~2 分钟, 放冷后将管子放入一铁套管中 (防止封管万一炸裂而损坏其它封管), 置于烘箱中加热至 140 °C 进行试样溶解。

(2) 铍及钷化铍的溶解: 如上手续将试样装入玻璃管中, 加入溶剂, 进行封管, 将封好的管子装入如图 2 的保护钢弹中, 在弹腔内加满汽油, 弹口垫一紫铜片, 然后将弹口的螺丝帽拧紧, 使不漏气。将钢弹置于坩埚炉中加热至 250~300 °C 以溶解试样。

(3) 开管放出试液的操作: 将试样已经溶完的玻璃封管自烘箱或钢弹中取出 (自钢弹中取出时应先使钢弹冷至室温, 才能拧松螺丝帽) 冷却。在离封管口附近 10~15 毫米处用锉刀沿圈锉一刻痕, 将封管放在冰箱或冰壶中冷冻 1~2 小时, 取出, 用钳子夹着于齐刻痕处折断, 将试液倒入烧杯中, 倒置的封管口, 插入如图 3 洗瓶的毛细管, 烧杯接在毛细管的下端, 当用手捏挤塑料洗瓶时, 从毛细管喷射的水流将玻璃封管中的试液沿着毛细管外壁洗入烧杯中, 如此可洗净封管, 使试液完全转入烧杯中。