

文章编号:1004—5716(2006)增刊—0229—01

中图分类号:TD926.1 文献标识码:B

铁合金中磷的磷钒钼黄比色法

谢小芳,曹蔚

(广东省地质勘查局七〇四地质大队实验室,广东 湛江 524018)

摘要:铁合金中,磷的含量较低,干扰元素多,采用硫酸—硝酸溶矿,把磷氧化成正磷酸,再往溶液中加入碱,使合金中大量铁及重金属形成沉淀达到与磷分离,从而达到快速测定的目的。

关键词:铁合金;比色法;磷

1 实验部分

1.1 试剂及仪器

磷标准溶液: $\rho(\text{P})=10\mu\text{g}/\text{mL}$ ($\text{H}_2\text{SO}_4=50\%$)

$\rho(\text{NaOH})=30\%$

浓 HNO_3

钒钼酸铵显色剂:

(1)钼酸铵 10g 溶于 100mL 水中,加热至 $50^\circ\text{C}\sim 60^\circ\text{C}$,冷却;

(2)钒酸铵 0.3g 溶于 50mL 水中,加入 1:2 的 HNO_3

50mL,冷却;

将溶液(1)缓缓倾入溶液(2),边加边搅,再加入 20mL HNO_3 ,混匀,备用。

721 型分光光度计(上海光学仪器厂)。

以上试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

1.2 实验方法

称取 0.5000g 于 250mL 烧杯中,加 H_2SO_4 20mL, HNO_3 10mL。加热使样品溶解,冒白烟,取下冷却。加水冲洗杯壁,加热使盐类溶解,取下冷却。缓慢加入 30% NaOH 30mL,搅拌均匀,放冷,移入 100mL 容量瓶,稀至刻度,放置澄清。吸取清液 10mL 于 25mL 比色管,加 1 滴对硝基苯酚,用 HNO_3 中和由黄色变无色,过量 1.5mL,加混合显色液 4mL,稀至刻度,摇匀。20min 后,以 2.0cm 比色皿,于 420nm 处进行比色。

1.3 标准曲线

吸取磷的标准溶液($10\mu\text{g}/\text{mL}$):0,0.5,1.0,1.5,2.0,3.0,4.0,5.0mL 于 25mL 比色管,加 1 滴对硝基苯酚,以下同实验方法。

2 结果与讨论

(1)溶解与时间的选择:本法采用硫酸—硝酸混合溶矿,针对一些难溶合金,加热至硫酸冒白烟,使磷充分氧化为正磷酸,且显色稳定见图 1;

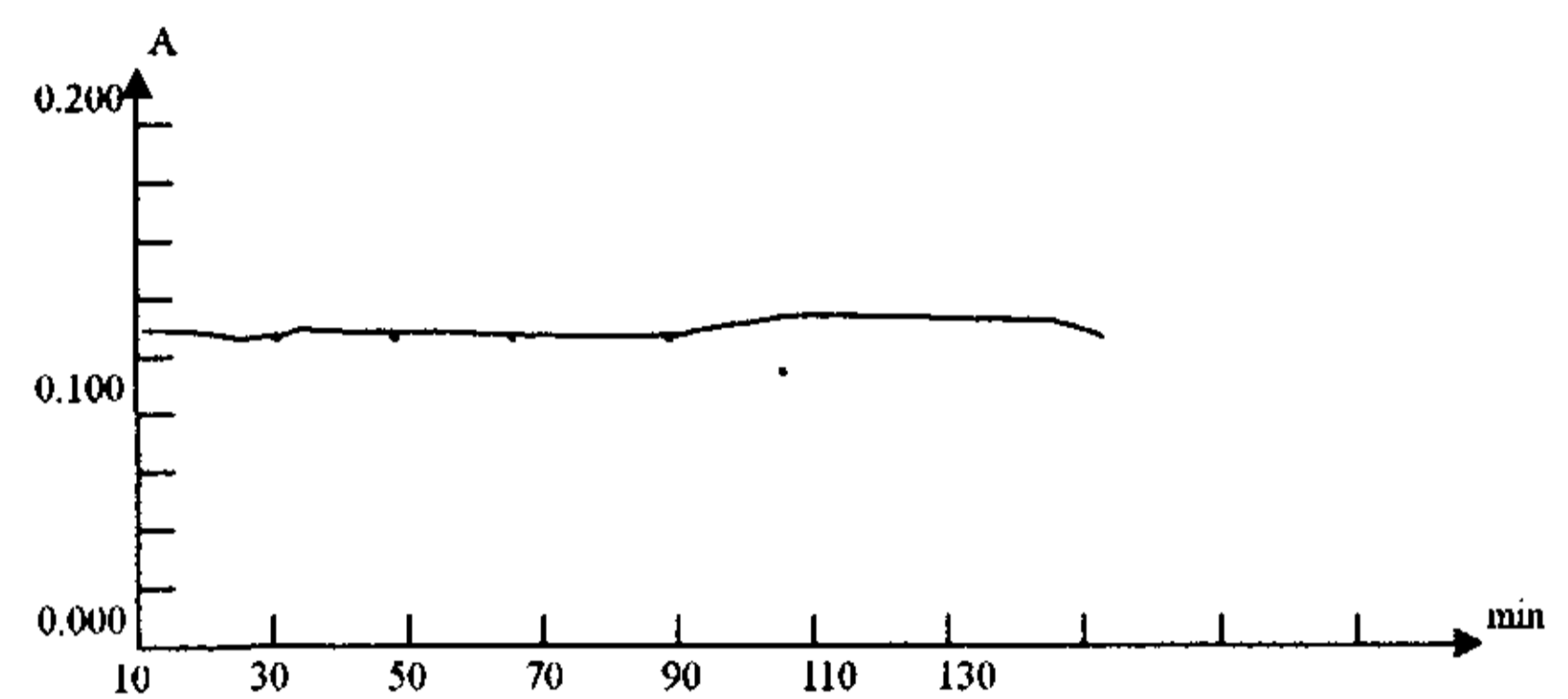


图 1 溶解与时间曲线

(2)显色稳定性:试验表明 120min 内溶液的吸光度保持稳定;

(3)样品加标试验:样品中加不同量的磷标准溶液,按试验方法进行测定,结果列于表 1,回收率在 96%~102%之间,达到要求;

表 1 样品加标试验结果表

样号	加入量(μg)	实测(μg)	回收率(%)
1752	10	10	100
1752	30	30.5	102
1752	50	48	96

(4)铁合金中,磷作为一个严格控制的指标,要求能准确、快速地测定出磷的结果。传统上采用磷钼兰比色法,但流程较繁琐,且酸度不易控制。而采用硫酸—硝酸溶矿,可针对一些成分复杂的铁合金,先加热冒 SO_2 白烟,使磷氧化成正磷酸,再加入碱使铁、钙、镁、镍等大量金属沉淀与磷分离。该方法能快速测定磷的结果。当一些样品含量在 0.001%~0.060%,可加入 5mL 异戊醇萃取,效果更好。

(3)地下水的补给、径流与排泄方式:由于古地理与现代地理特征呈继承性的北高南低的地貌景观,决定了地下水的补给区为盆地周围山前地带含水层的出露区,主要是接受大气降水及流经盆地河水等地表水体的补给,经远距离缓慢的地下水径流补给。从大区域角度看,地下水首先从盆地的西北、北及东北向盆地中心汇流,然后

向南排泄。另外,人工开采也是地下水的排泄方式之一。

4 结论

河南省西部盆地地下水较为匮乏,上第三系(N)地层地下水水量中等,不失为一种较好的水资源,掌握该地下水的特征,对合理开发利用和保护好水资源具有现实意义。