

文章编号: 1003—7837(2003)01—0076—03

# 磷钒钼黄差示光度法测定高含量磷

熊 晓 燕

(广州有色金属研究院分析检测研究中心, 广东 广州 510651)

**摘 要:** 采用磷钒钼黄差示光度法测定磷铜合金中高含量的磷。以 10 mg/L 磷标准工作溶液作参比, 在 450 nm 处进行分光光度测定。磷的质量浓度在 10~30 mg/L 范围内符合比耳定律。本法分析结果与重量法分析结果一致, 相对标准偏差小于 2.0% ( $n=5$ )。本法操作简便、检测快速。

**关键词:** 磷铜; 磷; 差示分光光度法

**中图分类号:** O657.32      **文献标识码:** A

磷铜合金中的磷影响着该合金的物理性能, 因此准确测定该合金中的磷含量是很有必要的。磷常量分析方法有钼酸喹啉重量法和容量法。这些方法一般都使用沉淀剂, 使磷与钼酸铵先生成磷钼酸铵黄色沉淀, 然后放置、洗涤, 最后滴定, 操作繁琐, 花费时间长。文献[1]介绍用间接 EDTA 法测定磷铜合金中的磷, 因用到氰化钾, 所以不便操作。直接采用磷钒钼黄光度法测定磷铜合金中的磷, 由于稀释倍数大, 因此准确度低。本文对这种方法进行改进, 即采用磷钒钼黄差示光度法测定磷铜合金中的磷含量, 其操作简便, 检测快速, 准确度大大提高。

## 1 试验部分

### 1.1 仪器和试剂

主要仪器为 721 分光光度计。

混合酸(硝酸、盐酸和水的体积比为 8:3:14); 过氧化氢(1:9); 钒酸铵溶液: 质量浓度为 2.5 g/L; 钼酸铵溶液: 质量浓度为 100 g/L。

磷标准溶液: 称取经 105~110℃干燥 2 h 的磷酸二氢钾 0.4394 g, 置于烧杯中, 加入 10 mL 硝酸(1:5), 搅拌使其溶解, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 摇匀, 此溶液  $\rho(\text{P}) = 1 \text{ g/L}$ 。

### 1.2 试验方法

在 100 mL 容量瓶中, 依次加入 12 mL 混合酸, 一定量磷标准溶液, 5 mL 钒酸铵溶液, 用水稀释至 80 mL 左右, 加入 10 mL 钼酸铵溶液, 用水稀释至刻度, 混匀, 放置 15 min。用 1 cm

收稿日期: 2003—03—17

作者简介: 熊晓燕 (1971—), 女, 江西九江人, 工程师, 硕士。

比色皿,以含 10 mg/L 磷标准的工作溶液作参比,在 450 nm 处测其吸光度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 酸度

酸度过高或过低都会影响吸光度,采用 10 mg/L 磷标准溶液为参比,按试验方法在 20 mg/L 磷标准溶液中加入不同量的混合酸,测定其吸光度。试验表明,混合酸加入 5~20 mL 时反应完全,吸光度稳定。本文采用加入混合酸 12 mL。

### 2.2 参比溶液及测量波长

参比液中磷的浓度不同,线性范围也发生变化。磷铜合金中  $w(\text{P})$  为 14%~16% 时,选用 10 mg/L 磷标准作参比较为适宜。磷钒钼黄溶液在 270~410 nm 区域吸收峰很强,在 410~500 nm 之间吸收系数逐渐减小,吸收曲线变化较平缓。因本测定不需高灵敏度,故测定波长选在 450 nm。

### 2.3 显色温度及时间

取一定量的磷标准溶液,按试验方法操作,在室温(20~25℃)下,15 min 能完成发色反应,并在 24 h 内保持稳定,以后吸光度逐渐下降。本文采用室温下保持 15 min。

### 2.4 试剂用量

由于试样中磷含量高,故需加入足量的偏钒酸铵和钼酸铵,以保证显色完全。经反复试验,考察了偏钒酸铵和钼酸铵的用量对线性范围及吸光度的影响,发现加入钼酸铵溶液 10 mL、偏钒酸铵溶液 5 mL 较为合适,用量低则显色不完全、线性范围窄。

### 2.5 共存离子的影响

磷铜合金主要成分是磷和铜,其他杂质含量  $w < 1\%$ 。试验表明,在 450 nm 处测量吸光度,可允许 Cu 1 g/L。

### 2.6 工作曲线

按照试验方法绘制工作曲线,磷的质量浓度在 10~30 mg/L 范围内线性很好,符合比耳定律,相关系数  $r=0.9996$ 。

### 2.7 样品测定

称取 0.2000 g 磷铜合金试样于 150 mL 烧杯中,加入 15 mL 混合酸,加热使之溶解完全,再加入 1 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  摇匀,微沸 3~4 min,取下烧杯冷却,移入 100 mL 容量瓶中,分取 10 mL 于 100 mL 容量瓶,按试验方法显色和测定,分析结果列于表 1。由表 1 可以看出,采用差示光度法测定结果与重量法测定结果吻合;对于 5 次测定,相对标准偏差(RSD)均小于 2.0%。

表 1 差示光度法与重量法测定结果的比较

Table 1 Comparison between the determination results by differential spectrophotometry and gravimetric method respectively

试样编号	重量法测磷/%	本法测磷/%	RSD/%
1	14.85	14.80	1.8
2	14.28	14.35	1.2
3	14.52	14.40	1.5

### 3 结 论

用磷钒钼黄差示光度法测定磷铜合金试样中高含量的磷是可行的, 该法分析结果与重量法分析结果一致, 相对标准偏差小于 2.0% ( $n=5$ ). 本法分析步骤简单, 检测快速, 具有较高的使用价值.

#### 参考文献:

- [1] 株洲冶炼厂等. 有色冶金中元素的分离与测定[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1977. 477.

### Determination of high content phosphorus in P—Cu alloy by differential spectrophotometry

XIONG Xiao-yan

(Analytical and Testing Research Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals,  
Guangzhou 510651, China)

**Abstract:** This paper reports a new method to determine high content phosphorus in P—Cu alloy by differential spectrophotometry. Phosphorus is determined by using the solution containing 10 mg/L P as a reference solution and at 450 nm. Beer's law is met when a P content is in the range of 10~30 mg/L. The results obtained by this method are coincident with that by gravimetric method. The method is simple and easy in operation and rapid in determination, with the relative standard deviation less than 2.0% ( $n=5$ ).

**Key words:** phosphorus; phosphorus copper alloy; differential spectrophotometry