

1963 年 鞍 山 鋼 鐵

試 驗 方 法 標 准 會 議 推 荐

鋼鐵化学分析方法

技 術 標 准 出 版 社

1963年鞍山鋼鐵試驗方法標準會議推薦

鋼鐵化學分析方法

*

技術標準出版社編輯出版（北京復外三里河）

（北京市書刊出版業營業許可証出字第114號）

天津市第一印刷廠印刷

新華書店北京發行所發行 各地新華書店經售

*

開本 $787 \times 1092 \frac{1}{25}$ 印張 $1\frac{1}{5}$ 字數20,000

1965年5月第一版 1965年5月第一次印刷

印數 1—9,600 定價（科六）0.19元

*

統一書號：15169·3-7

序 言

我們这次整理出版的鋼鐵化学分析方法，是1963年鞍山鋼鐵試驗方法标准會議決議推荐的。会上有些单位认为这些方法很好，建議列为标准，可是由于这些方法未經各单位广泛使用，尚缺乏經驗，所以大会決議暫不将这些方法列入标准中。但又考虑到这些方法有发展前途，故决定把这些方法向各单位推荐，以便通过实践，总结經驗，供今后在修訂标准时，审核其能否提升为标准。为此，我們組織了有关单位的工程技术人员，对这些方法进行了审核整理，与部頒的試驗方法标准同时出版，供各单位参考。希望各单位对这些方法进行一些对比試驗，积累数据，并把实践中的有关問題随时寄給我所，以便在今后修訂标准时作为参考的依据。

冶金工业部科技情报产品标准研究所

目 次

一、总碳量的测定（重量法）	(1)
二、硫量的测定	(3)
硫酸钡重量法（盐酸羟胺还原铁）	(3)
硫酸钡重量法（锌粒还原铁）	(4)
三、磷量的测定	(6)
焦磷酸镁重量法	(6)
钼酸铅重量法	(10)
四、砷量的测定	(14)
五、高铬钢中锰量的测定	(16)
六、硼量的测定	(17)
七、含砷钢中磷量的测定	(18)
八、磷量的测定（钒钼黄比色法）	(19)
九、铝量的测定	(20)
十、钼量的测定	(22)
十一、耐酸高硅铁中硅量的测定	(24)

一、总碳量的测定（重量法）

1. 仪器①

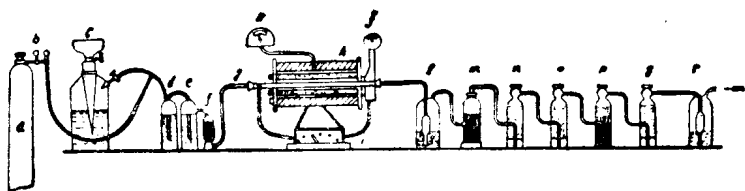


图 1

氧气瓶 a 。

减压活门 b 。

蓄气瓶 c ：缓和氧气流之用。

洗瓶 d ：内盛氢氧化钾——高锰酸钾洗液，深约30~40毫米。

洗瓶 e ：内盛浓硫酸，深约30~40毫米。

干燥塔 f ：上盛无水氯化钙，下盛苏打石棉（或苏打石灰），中隔玻璃棉，干燥塔底部及顶端均需铺以玻璃棉，用橡皮管自塔底与散热玻璃管相接。

散热玻璃管 g ：为双盘式玻璃管，各装配在燃烧管两端的橡皮塞上，以防止橡皮塞燃烧。

管式炉 h ：为平卧式，温度不得低于 1350°C 。

电阻器 i ：用以调节电炉的温度。

安培表 j 。

高温计及热电偶 k 。

洗瓶 l ：内盛浓硫酸——重铬酸钾洗液。

除硫瓶 m ：内盛钒酸银。

干燥塔 n ：内盛五氧化二磷。

干燥塔 o ：内盛五氧化二磷。

吸收瓶 p ：下层盛碱石灰，上层盛五氧化二磷，底部及顶端均

鋪以玻璃棉。

干燥塔 q : 內盛五氧化二磷。

干燥塔 r : 內盛浓硫酸。

2. 分析步驟:

称取試样 1~2 克置于燃烧舟中, 难熔的鋼样需复以适量的熔剂。将管式炉加热到所需要溫度 (碳鋼及生鉄 1100~1250°C, 合金鋼 1250~1350°C)。先通氧 15 分钟, 取下吸收瓶, 称量; 繼續通氧 10 分钟, 称量, 如此反复至恒重。然后用长鈎将燃烧舟推入燃烧管中心的溫度最高处。立即用橡皮塞将燃烧管塞住, 予热 1~2 分钟。輸入氧气燃烧試样, 約 8~10 分钟后②关闭氧气, 取下吸收瓶称重。所增加的重量减去空白③即为二氧化碳的重量。

取出燃烧舟, 舟內的熔融氧化物应为硬质状态, 平鋪于燃烧舟的底部, 如果試样未熔好, 应另称試样重作。

碳的百分重量按下式計算:

$$C\% = \frac{(B-A) \cdot 0.2729}{G} \cdot 100$$

式中:

A ——未吸收二氧化碳以前吸收瓶的重量 (克);

B ——試样燃烧二氧化碳吸收以后, 吸收瓶重量 (克);

0.2729——二氧化碳对碳的換算系数。

注: ①仪器装置中 n 、 o 、 p 、 q 、 r 五个瓶可以用两个瓶代替, 前面一个內装高氯酸鎂, 后面一个瓶內下层盛苏打石棉, 上层盛高氯酸鎂, 底部及頂部均鋪以玻璃棉。

②在分析操作間歇期間, 应經常用燃烧舟进行空白檢定, 除不加試样以外, 均按分析步驟所示进行。作完低碳鋼以后應該立即进行空白檢定, 不能以标准試样来确定空白的数值。

③試样燃烧以后, 通氧的时间与炉溫及通氧速度有关。本步驟中的規定对于一般的碳素鋼是适宜的, 对于生鉄及高碳鋼, 由于二氧化碳的吸收使吸收瓶的溫度有所增加, 因而称得的吸收瓶的重量略輕于真实的重量。由于所产生的誤差, 对于高碳鋼影响不大, 較好的办法是繼續通氧 15~20 分钟, 这段时间可使吸收瓶达到室溫。

二、硫量的測定

硫酸鉀重量法（盐酸羥胺还原鉄）

1. 試剂:

硝酸（比重1.42）；

盐酸（比重1.19）；

硝酸鉀；

盐酸羥胺；

0.5%盐酸溶液：取盐酸（比重1.19）5毫升，加水稀 释 至 1 升；

10%氯化鉀溶液：取氯化鉀($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)100克，溶于水中，稀 释 至 1 升，使用前过 滤；

盐酸洗液：取盐酸（比重1.19）20毫升，10%氯化鉀溶液10毫升，加水稀 释 至 1 升；

0.1%硫酸鉀溶液：取硫酸鉀0.1克加水溶解，并稀 释 至 100 毫 升。

2. 分析步骤:

称取試样 5 克（高錳或高硅鋼称 6 克；硫含量在 0.1~0.3% 的称 2 克；硫含量大于 0.3% 的則称 1 克），置于 600 毫升干烧杯中，加硝酸鉀 0.1 克，盖以表面皿，加硝酸（比重 1.42）35 毫升，然后分次（每次 5~10 毫升）加入盐酸（比重 1.19）50 毫升，低溫加热至試样完全溶解（如遇有些高合金鋼加盐酸 50 毫升尚未完全溶解时，則应补加少量盐酸使試样完全溶解），低溫蒸发至溶液表面呈皮膜状（蒸发时不应取下表面皿，切不可焙烘，以免生成不溶性盐类），取下烧杯，加盐酸（比重 1.19）35 毫升，微热至全部盐类溶解，以水洗滌表面皿，然后一次加入盐酸羥胺 10 克，于低溫处慢慢蒸发至晶状物析出，浓縮溶液呈半固体状态时为止（取下时浓縮物应凝固），加盐酸（比重 1.19）10 毫升，微热之，加热水 30 毫升，煮沸 1~2 分钟，使可溶性盐类全部溶解（当高錳鋼試样称取 6 克时，則將此混有錳酸的溶液移至 120

毫升刻度瓶中，冷却，用水稀释至刻度，振动均匀，待沉淀下沉后，用干滤纸滤取澄清溶液100毫升，相当于5克试样，立即以致密滤纸过滤，用不少于50毫升的0.5%盐酸溶液洗涤，残渣弃去，滤液收集于250毫升锥形烧杯中（控制溶液体积在120毫升左右），煮沸，并于搅拌下滴加10%氯化钡溶液20毫升①，保温静置1小时后取下，放置过夜。沉淀用致密滤纸过滤，以盐酸洗液洗至无铁离子反应，最后用冷水洗至无氯离子为止。沉淀连同滤纸置于瓷坩埚中，烘干，低温灰化，最后在850°C左右灼烧，冷却，称量，如此重复灼烧至恒重。

硫的百分重量按下式计算：

$$S\% = \frac{(A - B) \cdot 0.1374}{G} \cdot 100$$

式中：

A ——硫酸钡重量（克）；

B ——空白试验所得重量（克）；

G ——试样重量（克）；

0.1374——硫酸钡对硫的换算系数。

注：①含硫量低于0.015%时，则在加氯化钡溶液之前，分别于试液及空白溶液中准确地加入0.1%硫酸钾溶液10毫升（约相当于硫酸钡12毫克），然后加氯化钡溶液进行沉淀。

注：整个分析步骤所加入的全部试剂，均应同时进行空白试验。

硫酸钡重量法（锌粒还原铁）

1. 试剂：

硝酸（比重1.42）；

盐酸（比重1.19）；

盐酸（1：1）溶液；

盐酸（1：20）溶液；

硝酸钾；

高氯酸（60~70%）；

锌粒（不含硫）；

10%氯化鋇溶液：取氯化鋇 ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 100克，溶于水中，稀释至1升，使用前过滤；

盐酸洗液：取盐酸（比重1.19）20毫升，10%氯化鋇溶液10毫升，加水稀释至1升；

0.1%硫酸鉀溶液：取硫酸鉀0.1克，加水溶解，并稀释至100毫升。

2. 分析步骤：

称取试样5克，（錳鋼或高硅鋼称6克），置于600毫升烧杯中，加硝酸鉀鈉0.1克，硝酸（比重1.42）35毫升，小心加入盐酸（比重1.19）25毫升，当溶解高錳鋼时，加60~70%高氯酸10~20毫升，试样溶解后，将溶液蒸发至干，并于250~300°C处保持30分钟，稍冷，加盐酸（比重1.19）35毫升，蒸发至溶液呈糖浆状，加热盐酸（1:1）溶液50毫升，鋅粒5克，微热至鉄全部还原，氢气泡停止放出为止。以致密滤紙过滤，用盐酸（1:20）热溶液洗涤（如含錳鋼，称取试样6克时，则将鋅还原后的溶液移至120毫升刻度瓶中，以水稀释至刻度，搖匀后，靜置，待沉淀下沉后，用干滤紙滤取澄清液100毫升，即相当于5克试样。）滤液及洗液調整至約150毫升，加热至沸①并于攪拌下滴加热的10%氯化鋇溶液20毫升，靜置3小时（最好过夜）。用致密滤紙过滤，以盐酸洗液洗涤至无鉄离子反应，最后以冷水洗涤至无氯离子反应为止。

沉淀連同滤紙移于已灼烧至恒重的鉑坩堝中，烘干，于500~600°C灰化至除去碳质。最后于750~850°C灼烧10~15分钟，冷却，加硫酸（1:1）溶液1滴，40%氢氟酸1毫升，蒸发至干，并灼烧至恒重。鉑坩堝中的增重，即为硫酸鋇的重量（整个分析步骤与所加入的全部试剂均应同时进行空白試驗）

硫的百分重量按下式計算：

$$S\% = \frac{G_1 \cdot 0.1374}{G} \cdot 100$$

式中：

G_1 ——已減去空白后的硫酸鋇重量（克）；

G ——試样重量 (克)；

0.1374——硫酸鋇对硫的换算系数。

注：①当試样中含硫量低于0.015%时，則在加氯化鋇溶液之前，于試液及空白溶液中分别准确地加入0.1%硫酸鉀溶液 10 毫升 (約相当于硫酸鋇 12毫克)，然后加氯化鋇溶液进行沉淀。

三、磷 量 的 測 定

焦磷酸鎂重量法

1. 試剂：

硝酸 (比重1.42)；

硝酸 (1 : 3) 溶液；

硝酸 (1 : 1) 溶液；

硝酸 (3 : 5) 溶液；

硝酸 (2 : 98) 溶液；

盐酸 (比重1.19)；

盐酸 (1 : 1) 溶液；

盐酸 (1 : 20) 溶液；

硝酸—盐酸混合酸 (使用前进行等体积混合)；

硫酸 (1:1) 溶液；

2.5%高錳酸鉀溶液：取高錳酸鉀2.5克溶于水稀释至 100 毫升；

亚硫酸飽和溶液；

氨性鉬酸鉍溶液：取鉬酸鉍 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 65克，硝酸鉍225克，溶于氢氧化鉍 (比重0.90) 15毫升及水 600 毫升中，攪拌并微热，溶解后，过滤 (不应洗滌)，稀释至 1 升；

氢氧化鉍 (比重0.90)；

氢氧化鉍 (1 : 20) 溶液；

硝酸鉍洗液：取50克硝酸鉍溶于氢氧化鉍 (1 : 20) 溶液 1 升中；

硫酸亚铁溶液：取硫酸亚铁 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 100 克溶于硫酸 (5 : 95) 溶液 1 升中；

镁混合液：取硫酸镁 ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 130 克，硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 75 克溶于 500 毫升水中，加氢氧化铵至微过量，静置过夜，如有沉淀则过滤，然后加稍过量硫酸使溶液酸化，并稀释至 1 升，保存于带有玻璃塞的瓶中；

柠檬酸；

无水碳酸钠；

溴化铵；

40% 氢氟酸；

60~70% 过氯酸。

2. 分析步骤：

(1) 普通碳钢

称取试样 3 克^①，置于 300 毫升锥形瓶中，加硝酸 (1 : 3) 溶液 125 毫升，低温加热使试样全部溶解，加 2.5% 高锰酸钾溶液 10 毫升，煮沸 3~5 分钟，至二氧化锰沉淀生成（如二氧化锰还未出现，则补加高锰酸钾溶液并煮沸至沉淀生成为止），滴加饱和亚硫酸溶液，使生成的沉淀溶解，煮沸数分钟，以除去氮的氧化物，取下，将溶液冷却至约 75°C，加氨性钼酸铵溶液 85 毫升，加塞，振盪 10 分钟，静置 2 小时以上。用紧密滤纸过滤，以冷硝酸 (2 : 98) 洗液洗涤杯壁、沉淀和滤纸 6~8 次（滤液及洗液放置，并注意有无磷钼酸铵沉淀发生）。滤纸上的沉淀以柠檬酸-氢氧化铵混合溶液 20 毫升溶解，并收集于 250 毫升的烧杯中。滤纸用氢氧化铵 (1:20) 洗涤数次，然后用热水洗涤，最后以 (1 : 20) 盐酸溶液洗涤数次（此时如果磷钼酸铵溶液不透明时，则加热煮沸，并以原滤纸过滤，热水洗涤，沉淀及滤纸置于铂坩埚中，灰化灼烧后，以不超过 0.5 克的少量碳酸钠熔融，熔块用热水抽取，过滤，滤液併于主液中）。

于合併后的溶液中，加盐酸 (1 : 1) 溶液酸化后，加镁混合溶液 20 毫升，并于冰水中冷却，然后徐徐加入氢氧化铵至溶液恰呈氨性，剧烈振盪 5 分钟（如含磷量极少时，需振盪 30 分钟~1 小时），直至

晶形沉淀析出为止，加氢氧化铵溶液 5~10 毫升（此时溶液总体积不应超过 100 毫升），于冷处静置 4~6 小时（最好过夜），过滤，以氢氧化铵（1:20）溶液洗涤。

滤纸上沉淀用盐酸（1:1）溶液 20 毫升溶于原先进行沉淀用的烧瓶中，滤纸用温盐酸（1:1）溶液彻底洗涤，于所得溶液中，加溴化铵（ NH_4Br ）0.5~1 克（加入溴化铵是为了除去砷的干扰，但如果在温度 25°C 沉淀时，少量砷不会生成沉淀，则此处理步骤可以省去）。徐徐煮沸至溶液体积 5~10 毫升（但不要蒸干），以水稀释成 50~75 毫升。加檸檬酸 0.1~0.2 克，镁混合溶液 2~3 毫升，于冰水中冷却、氨化、振盪，于冷处静置 4~24 小时，过滤，以硝酸铵洗液洗涤，沉淀连同滤纸移入于铂坩埚中，烘干，低温灰化至碳化物分解，沉淀呈白色，最后在 1000~1050°C 灼烧至恒重。

灼烧后的沉淀，加硝酸（1:1）溶液 5 毫升，水 20 毫升，使其溶解。如无不溶物残留，则灼烧的沉淀可按 $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 计算，若有残渣不溶，则过滤，以热水洗涤、灰化，灼烧，称量后，加氢氟酸数滴，硫酸（1:1）溶液 1~2 滴蒸发至干，于 1000°C 灼烧，称量。氢氟酸处理前后称量的差，作为不纯物予以校正。

磷的百分重量按下式计算：

$$P\% = \frac{(A - B) \cdot 0.278}{G} \cdot 100$$

式中：

A —— $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 重量（克）；

B ——不纯物重量（克）；

G ——试样重量（克）。

注：①如含磷量低于 0.05% 时，最好称取试样两份（使称量大于 3 克），同时按所述步骤操作，至黄色沉淀生成。将两份沉淀合并后过滤；或分别过滤后，将两份沉淀与滤纸合并。

（2）高铬镍钢（不含钨钒者）

称取试样 3 克，置于 500 毫升锥形瓶中，加硝酸—盐酸混合酸（等体积混合）75 毫升，低温加热至试样全部溶解，加 60~70% 高氯酸 20 毫

升，蒸发至冒白烟，继续加热 5 分钟，使铬全部氧化及硅酸脱水。稍冷，加水 40 毫升，过滤，以硝酸（3 : 5）溶液 55 毫升洗涤，于滤液中加 2.5 % 高锰酸钾溶液 10 毫升，煮沸 3 ~ 5 分钟，生成二氧化锰沉淀，滴加饱和亚硫酸溶液破坏，并使高价铬全部还原，以下按分析步骤中（1）所示进行。

（3）高锰钢（锰含量大于 10 %）

称取试样 3 克，置于 300 毫升锥形瓶中，加硝酸（1 : 3）溶液 70 毫升，低温加热至反应停止。加 60 ~ 70 % 高氯酸 30 毫升，蒸发至刚冒白烟，逐滴加入氢氟酸直至全部硅酸溶解并过量 5 滴，继续加热使高氯酸沿瓶壁回流 25 ~ 30 分钟。冷却，加水 50 毫升，硝酸（比重 1.42）10 毫升，加 2.5 % 高锰酸钾溶液数滴，煮沸至二氧化锰沉淀生成，加饱和亚硫酸溶液使沉淀溶解，煮沸除去氮氧化物，冷却至约 75 °C，加钼酸铵溶液使磷沉淀，以下按分析步骤中（1）所示进行。

（4）铬钒钢（但不含钨者）

按分析步骤中（1）所示进行，在加钼酸铵以沉淀磷之前，将溶液冷却至 10 °C，加硫酸亚铁溶液 5 毫升及饱和亚硫酸溶液 2 ~ 3 滴，摇匀，加钼酸铵溶液 85 毫升，振荡 10 分钟，静置 4 小时或过夜，以下按分析步骤中（1）所示进行。

（5）高速钢（或其它钨钒钢）

称取试样 3 克，置于 500 毫升烧杯中，加硝酸（1 : 3）溶液 125 毫升，及盐酸（比重 1.19）30 毫升，低温加热至试样全部溶解，蒸发至干，加盐酸（1 : 1）溶液 20 毫升，加水稀释至 100 毫升，并过滤除去钨酸①。

滤液中加硝酸（比重 1.42）20 毫升，蒸发以除去盐酸（重复蒸发两次），待第二次蒸发至呈糖浆状时，加硝酸（1 : 3）溶液 65 毫升（此时溶液如不透明，则过滤），将溶液冷却至 10 °C，加硫酸亚铁溶液 5 毫升及饱和亚硫酸溶液 2 ~ 3 滴，摇匀，加钼酸铵溶液 85 毫升，振荡 10 分钟，静置 4 小时（最好过夜），以下按分析步骤中（1）所示进行。

注：①钨酸沉淀中可能含有少量磷质，精密分析时，应按下法进行处理：以

少量水將濾紙上沉淀移于錐形瓶中，并用熱氫氧化鉍（1：4）溶液25毫升（此中含有檸檬酸0.5克）處理濾紙，過濾，濾液併于盛有鉍酸沉淀的錐形瓶中，用熱水洗滌濾紙，然後用熱鹽酸（1：20）溶液洗滌數次，濾液與洗液調整至體積約75毫升，加鹽酸使呈微酸性，加鎂混合溶液25毫升，並過量加入氫氧化鉍約10毫升，加玻璃珠數粒，將溶液以水冷卻，加塞，振盪1小時，于0°C處靜置過夜。過濾，以氫氧化鉍（1：20）溶液洗滌數次，沉淀溶于少量熱硝酸（1：3）溶液中，將所得溶液併于主液中，（或以鉍酸鉍沉淀，酸鹼容量法測定之）。回收的磷通常少於0.001%，故日常分析可不必進行。

（6）鑄鐵及高硅鋼

稱取試樣2～3克，置于帶柄蒸發皿中，加硝酸（1：1）溶液30毫升，當反應停止後，加鹽酸（1：1）溶液10毫升，蒸發至干，並焙烘15～20分鐘，稍冷，殘渣加鹽酸濕潤，並加熱水稀釋至50毫升，微熱至可溶性鹽類溶解，立即過濾，以鹽酸（1：20）溶液洗滌，濾液蒸發（濾液1）。沉淀連同濾紙置于鉑坩堝中，烘干，灰化除去碳質，冷卻，加鹽酸5～10滴，氟氫酸1～2毫升，蒸發至恰干，所得殘渣①加鹽酸5毫升溶解，所得溶液與濾液（1）合併。

將合併後的溶液蒸發至糖漿狀，并用硝酸（1：1）溶液約40毫升及熱水70毫升交換洗滌，將此糖漿狀物質移至300毫升錐形瓶中，調整溫度約70°C，加鉍酸鉍溶液100毫升，搖盪10分鐘，以下按分析步驟中（1）所示進行。

注：①如果鈦鉛含量較高，則將此殘渣用碳酸鈉熔融，以熱水抽取熔塊、冷卻、過濾，抽取的濾液與主液合併。

鉍酸鉛重量法

本方法適用於所有高鉻鎳不銹鋼、耐熱合金鋼包括有鈾、鈦、鈮、鉭、鋯、鈮、錫及砷等合金加入劑或有害雜質。本方法同樣適合于其它類型的高合金鋼，例如：鎢高速鋼，高碳—鉻—鉍模具鋼等。

1. 試劑：

硝酸（比重1.42）；

硝酸（2：98）溶液；

盐酸（比重1.19）；

盐酸（1：1）溶液；

盐酸（2：98）溶液；

60~70%高氯酸；

氢溴酸（比重1.46）；

硝酸铵；

钼酸铵溶液：配制方法有二：

（1）取98~100%三氧化钼约100克，加水240毫升，加氢氧化铵（比重0.90）170毫升，使之完全溶解，将此溶液徐徐注入另一大烧杯中并不时搅拌，〔此烧杯内预先盛有硝酸（比重1.20）1250毫升及0.04克磷酸氢铵钠〕静置过夜，过滤备用；

（2）取钼酸铵 $((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ 150克，溶于水，稀释至1升，将此溶液徐徐注入另一大烧杯中，并不时搅拌〔此烧杯内预先盛有硝酸（比重1.20）1升，其中含有硝酸铵240克，磷酸氢铵钠0.04克〕，静置过夜，过滤备用。

过滤后的钼酸铵溶液，放置过久，若有黄色沉淀析出，即表示此溶液已陈旧，不宜使用，应予弃去；

氢氧化铵（比重0.90）；

氢氧化铵（1：2）溶液：取氢氧化铵（比重0.90）330毫升，稀释至1升；

氢氧化铵（3：97）溶液；

0.2%溴甲酚紫溶液：取溴甲酚紫0.2克，加水溶解，稀至100毫升；

醋酸铵溶液：取1份冰醋酸与2份水混合，加0.2%溴甲酚紫溶液几滴作为指示剂，以氢氧化铵（比重0.90）中和，然后加冰醋酸至恰呈酸性；

25%氯化铵溶液；

4%醋酸铅溶液：取4克醋酸铅 $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb} \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水，稀释至100毫升；

15%酒石酸溶液;

鎂混合溶液: 取氯化鎂($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)15克, 氯化銨15克, 溶于水, 稀釋至100毫升;

砷酸盐溶液: 取三氧化二砷(As_2O_3)0.25克溶于硝酸(比重1.42)10毫升中, 加热蒸发至約剩5毫升, 加硝酸(比重1.42)10毫升, 再蒸发至約5毫升, 然后加水稀釋至100毫升;

无水碳酸鈉;

40%氢氟酸;

焦硫酸鉀。

2. 分析步驟

称取試样2克, 置于400毫升錐形瓶中, 小心加入硝酸-盐酸混合酸〔硝酸(比重1.42)15毫升与盐酸(比重1.19)25毫升混合〕, 低溫加热至試样全部溶解。加高氯酸(比重1.54)20毫升, 蒸发至冒白烟, 盖上表面皿, 繼續冒烟10分钟, 使鉻全部氧化。稍冷, 加盐酸(比重1.19)10毫升以还原鉻①加热水25毫升煮沸5分钟, 以紧密滤紙过滤, 用热盐酸(2:98)溶液洗滌数次, 滤液及洗液保存, 残渣处理②、③、④, 于滤液中加氢溴酸(比重1.46)10毫升, 蒸发至冒烟(蒸发时, 不要盖上表面皿, 以防止鉻的再氧化)。稍冷, 加热水25毫升使盐类溶解并稀釋至75毫升⑤加硝酸銨8克, 調整溶液溫度至 80°C 。加鉬酸銨冷溶液35毫升, 振盪至沉淀生成, 靜置至少30分钟, 当含磷量低于0.02%时, 則应靜置至上层溶液澄清时为止⑥。

用紧密滤紙过滤, 以冷硝酸(2:98)溶液洗滌至无鉄离子反应(通常洗滌6次左右)。将此盛有沉淀及滤紙的漏斗, 置于原用以沉淀磷鉬酸的錐形瓶上, 滴加氢氧化銨(1:2)溶液15毫升使滤紙上沉淀溶解, 并用热水洗滌滤紙2~3次。将此被氢氧化銨溶解滤下的溶液, 再用原滤紙过滤, 并以热水充分洗滌(最少洗10次), 滤液及洗液收集于另一干净圓底烧瓶A中, 加热至沸, 加盐酸(比重1.19)10毫升, 4%醋酸鉛溶液8毫升⑦, 并将此溶液注入于另一烧瓶B中(烧瓶B中預先盛有煮沸的醋酸銨溶液50毫升及25%氯化銨溶液50毫升), 以热水洗净A瓶瓶壁, 洗液加入B瓶中, 然后煮沸, 生成的鉬酸鉛沉淀靜置。

沉淀用紧密滤纸过滤，以热水洗涤，烘干，在不超过650°C温度下灼烧、冷却，称重⑥。

磷的百分重量按下式计算：

$$P\% = \frac{G_1 \cdot 0.007}{G} \cdot 100$$

式中：

G_1 ——已减去空白的钼酸铅重量（克）；

G ——试样重量（克）；

0.007——钼酸铅对磷的换算系数。

注：①试样中含有锡、铋、钼时，用高氯酸简单地蒸发，是不能将此等酸性氧化物完全分离，为了避免其干扰必须按下法进一步处理：

即在加盐酸还原六价铬之后，再蒸发至恰冒白烟（但避免铬再度氧化）。稍冷，加热水25毫升，高温煮沸1分钟，然后再缓慢地微沸5分钟，取下，待沉淀静置后过滤。

②当试样中含有铋钼铅或锡时，必须将不溶残渣中所共沉淀的磷质按下法处理回收：

将残渣连同滤纸置铂坩锅中，在暗红温度下灼烧。灼烧物加水数滴湿润，加40%氢氟酸2毫升，硝酸（比重1.42）5滴，蒸发至干。残渣以焦硫酸钾3克熔融，待熔融物透明后，取下，冷却，熔块置于200毫升锥形瓶中以15%酒石酸溶液25毫升抽取，加砷酸盐溶液4毫升，镁混合溶液5毫升，控制溶液总体积为50毫升。加氢氧化铵（比重0.90）至溶液恰呈碱性（用2滴0.2%溴甲酚紫作指示剂），然后再加过量氢氧化铵（比重0.90）5毫升。冷却至15°C，剧烈摇动5分钟，静置1小时。以紧密滤纸过滤，用少量冷的氢氧化铵（3：97）溶液洗涤5次，滤纸上沉淀用盐酸（1：1）溶液10毫升溶解，以热水洗涤6次。所得的溶液与过滤锡铋钼酸等沉淀后的滤液合并，以下按前所述加氢溴酸处理。

③当试样中只含有铅时（不含锡铋钼），则处理残渣可按下述较简单方法进行：

即按注②进行至氢氟酸除硅后，残渣加0.5克无水碳酸钠熔融，熔块以热水抽取，过滤，用热水洗涤，滤液加盐酸（1：1）溶液酸化，与主液（即过滤硅酸及铅酸后的滤液）合并。

④当试样中含有高达2%钛或钒，但无铋、钼、铅、锡，则不需要处理