

技術報告

水酸化ベリリウム共沈分離/モリブドリン酸青吸光光度法 による高純度クロム、ニッケル、銅及び鉄-クロム合金中 の微量リンの定量

板垣 俊子[®], 石黒三岐雄, 高田九二雄^{*}

(1994 年 2 月 14 日受理)

水酸化ベリリウム共沈分離/モリブドリン酸青吸光光度法により、高純度クロム、ニッケル、銅及び鉄-クロム合金中の微量のリンを定量した。EDTA 共存下でリンをリン酸ベリリウムアンモニウムとして水酸化ベリリウムと共沈分離する方法は、検討したすべての高純度金属に適用できた。但し、高純度クロムの場合、クロム-EDTA 錯体生成時の pH を 1.5 から 5.0 の間で変化させ、pH 9.7±0.2 でリンを共沈させると、EDTA 錯体生成時の pH の増大とともにリンの回収率は減少した。つまり、リンの回収はクロム-EDTA 錯体生成時の pH に大きく依存することが分かった。この分離・濃縮法によって、溶解した試料中のリンの全量が分析に使われるため、鉄鋼の JIS 法（溶解した試料の 10 分の 1 を分析に使用）の約 10 倍の感度で定量することができた。本法での定量下限は試料中のリン濃度に換算して $0.4 \mu\text{g g}^{-1}$ であった。又、本法は発色時の液量が JIS 法の約 2 倍になるため、発色におけるヒ素の影響は、モリブドリン酸青を生成させるときの試薬の濃度を JIS 法の 2 倍にすることで取り除いた。

1 緒 言

高純度金属中の微量リンの定量は、高感度分析法といわれる黒鉛炉 AAS (GF-AAS) や ICP-AES では感度が悪いので吸光光度法¹⁾が使われる場合が多い。そのとき、主成分金属の影響を取り除くため共沈^{2)~5)}、溶媒抽出^{6)~9)}、イオン交換¹⁰⁾、メンブランフィルター捕集¹¹⁾、浮選¹²⁾¹³⁾などによってリンの分離、濃縮が行われている。しかし、同じ分離法でも主成分元素の種類によって分離条件が異なるため、一般的に操作も異なり煩雑になる場合が多い。

著者らは、高純度鉄中の微量リンを EDTA の共存で水酸化ベリリウム共沈分離した後、モリブドリン酸・マラカイトグリーン吸光光度法などにより定量する方法⁴⁾を報告した。その結果、水酸化ベリリウム共沈分離法は、共沈剤のベリリウムが EDTA と錯体を形成しないためアルカリ性で水酸化物として沈殿すること、主成分金属の共沈・吸着がほとんどないことなどの特徴を有することが分かった。このことから、EDTA 共存の水酸化ベリリウム共沈分離法は鉄以外にクロム、ニッケル、

銅などのような EDTA と錯体を作る金属の試料にもほぼ同様に適用できると思われる。しかし、多量のクロム共存下ではクロム-EDTA 錯体が生成せず水酸化クロムが水酸化ベリリウムと共に沈殿するためクロムを二塩化二酸化クロムとして揮散除去する必要があるという報告³⁾がある。又、クロムを六価の状態にした後、アルミニウムを共沈剤としリンをアルカリ性溶液中から水酸化アルミニウム共沈分離した結果、共沈剤へのクロムの吸着量が多いことが報告⁵⁾されている。同様の実験を共沈剤としてアルミニウムの代わりにベリリウムを用いて行った結果、やはり六価クロムの吸着量の多いことが分かった。

本報告では、いろいろの高純度金属中のリンを統一的分析操作法で定量することを目的とし、高純度鉄中の微量リンの分離法として使用した EDTA 共存水酸化ベリリウム共沈分離法を、鉄以外の主成分の金属試料に適用した結果について述べる。検討した金属試料は高純度のクロム、ニッケル、銅及び高純度合金として作られた鉄-クロム合金であり、定量法はモリブドリン酸青吸光光度法である。

* 東北大学金属材料研究所: 980-77 宮城県仙台市青葉区片平 2-1-1

2 実 験

2.1 装 置

吸光度の測定には、日立 U-2000 型 ダブルビーム分光光度計を使用し、セルは 10 mm のガラスセルを使用した。pH の調節には、堀場 pH メーター F-8E を使用した。

2.2 試 薬

(1)リン標準溶液 (5.0 $\mu\text{gP/ml}$): リン酸二水素カリウム (KH_2PO_4) を 105°C で恒量としたもの 0.4393 g を水で溶かし 1000 ml にした標準原液 (100 $\mu\text{gP/ml}$) を使用の都度希釈して用いた。

(2)クロム標準溶液 (40 mgCr/ml): 金属クロム (99.99%) 10 g を塩酸 (1+1) 100 ml で溶かし、水で 250 ml にした。

(3)銅標準溶液 (40 mgCu/ml): 金属銅 (99.99%) 10 g を硝酸 (1+1) 100 ml で溶かし、水で 250 ml にした。

(4)ニッケル標準溶液 (40 mgNi/ml): 金属ニッケル (99.99%) 10 g を硝酸 (1+1) 100 ml で溶かし、水で 250 ml にした。

(5)ベリリウム溶液 (1 mgBe/ml): 硫酸ベリリウム四水和物 9.85 g を水で溶解し 500 ml とした。

(6)亜硫酸水素ナトリウム溶液 (14 w/v% 及び 10 w/v%): 亜硫酸水素ナトリウムの 14 g 及び 10 g をそれぞれ水で溶解し 100 ml とした。

(7)EDTA 溶液 (12.5 w/v%): EDTA ニナトリウム塩二水和物 ($\text{EDTA} \cdot 2\text{Na} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 125 g をアンモニア水 100 ml と水 300 ml で溶解し、EDTA 中に含まれるリンをベリリウム溶液 10 ml を加え共沈分離し除去した後、水で 1000 ml にした。

(8)洗浄液: $\text{EDTA} \cdot 2\text{Na} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 10 g を、水 500 ml とアンモニア水 20 ml で溶解後、水で 1000 ml にした。

(9)モリブデン酸アンモニウム-硫酸溶液 (4 w/v%): モリブデン酸アンモニウム 20 g を水 150 ml に溶解し、硫酸 350 ml を加え 500 ml にした。

(10)発色試薬: モリブデン酸アンモニウム-硫酸溶液 (4 w/v%) 25 ml, 硫酸ヒドラジン溶液 (0.3 w/v%) 10 ml, 及び水 65 ml を使用の都度混合した。

(11)その他の試薬: すべて市販の特級品をそのまま使用した。

2.3 分析操作

試料 1.0 g を 300 ml 石英ビーカーに量り取り、過塩

素酸 20 ml で加熱溶解後、引き続き加熱し過塩素酸の白煙を十分に発生させる。冷却後、亜硫酸水素ナトリウム溶液 (14 w/v%) 25 ml を加え約 5~6 分煮沸する。次に、EDTA 溶液 (12.5 w/v%) 80 ml とベリリウム溶液 (1 mgBe/ml) 10 ml を加え、アンモニア水で pH 4.0 ± 0.1 (共存元素にクロムを 0.1 g 以上含む場合は pH 2.7 ± 0.1) にし約 15 分煮沸する。冷却した後、アンモニア水で pH 9.7 ± 0.2 に調整し約 2~3 分煮沸後、30 分以上水冷を行い、リンを水酸化ベリリウムで共沈分離する。沈殿物は No. 5B 濾紙で濾過し、EDTA 溶液 (1 w/v%) で洗浄する。この沈殿物を濾紙と共に元のビーカーに移し、硝酸 10 ml と過塩素酸 5 ml で加熱分解する。引き続き加熱し、過塩素酸の濃厚な白煙を発生させながら乾固近くまで蒸発する。塩を少量の水で溶解後、メスフラスコ (100 ml) に移し亜硫酸水素ナトリウム溶液 (10 w/v%) 10 ml を加え沸騰水中で 10 分加熱する。発色試薬溶液 25 ml を加え水で約 85 ml とした後、再び沸騰水中で 30 分加熱しモリブドリン酸青を生成させる。冷却後 100 ml に定容し、波長 825 nm 付近の吸光度を測定する。

3 実験結果

3.1 金属-EDTA 錯体生成時の pH

鉄、クロム、ニッケル、銅の各金属 1.0 g について、それらの金属を EDTA でマスキングするための pH の条件について検討した。金属-EDTA 錯体生成時の pH を 1.5~5.0 の範囲で変化させたときのリン 50.0 μg の共沈 (pH 9.7 ± 0.2) による回収率とその RSD を Table 1 に示す。その結果、リンの回収に及ぼすニッケル及び銅の影響は pH 1.5~5.0 の範囲において、鉄の影響は pH 2.5~5.0 の範囲において、EDTA で効果的にマスキングすることができた。しかし、クロムの場合は pH が高くなるにつれてリンの回収率は低下していく傾向にあり、その RSD も高くなっていくことが分かった。又、クロム量を 0~1.0 g の範囲で変化させ、高い pH (4.0 ± 0.1) で EDTA との錯体を生成させたときのリンの回収率を調べた結果、0.1 g 以上のクロムでリンの回収率の低下が見られた。これらの原因については不明であるが、クロム-EDTA 錯体生成時の pH を変えても、pH 9.7 ± 0.2 における水酸化ベリリウムの沈殿へのクロムの吸着量に差はなく、水酸化クロムの沈殿も認められなかった。以上のことから、試料がクロム単独、あるいはクロムを 0.1 g 以上含む合金では EDTA 錯体生成時の pH を 2.7 ± 0.1 に、その他の金属については 4.0 ± 0.1 に調節することにした。pH 2.5 より低い pH では酸

Table 1 Effect of pH during matrix-EDTA complex formation on recovery of phosphorus

pH	Matrix (1.0 g)								
	None [†]	Fe ^{††}		Cr ^{††}		Ni ^{††}		Cu ^{††}	
	Recovery, %	Recovery, %	RSD, %	Recovery, %	RSD, %	Recovery, %	RSD, %	Recovery, %	RSD, %
1.5	100.8	98.0	1.49	99.5	0.87	99.7	0.99	99.4	0.29
2.0	101.0	98.1	0.47	98.7	0.95	100.3	1.21	100.3	0.94
2.5	101.5	99.4	0.75	98.9	1.53	101.2	1.63	100.3	1.35
3.0	100.3	100.6	0.64	98.5	0.88	101.5	1.74	100.1	1.40
3.5	100.8	101.0	1.28	96.7	1.67	101.3	0.82	100.1	1.31
4.0	100.8	100.7	1.59	95.8	2.02	101.1	0.85	100.2	1.40
4.5	101.3	99.8	0.87	93.7	3.21	101.2	1.31	100.7	1.39
5.0	99.2	99.5	0.77	81.8	4.50	99.7	1.52	100.2	1.70

P added: 50.0 μg ; †: $n=1$, ++: $n=5$; EDTA concentration: about 0.067 (w/v%); Coprecipitation condition: pH 9.7 $\pm$ 0.2

性が強く、溶液中の EDTA 自身が析出し操作しにくかった。

3・2 金属-EDTA 錯体生成時の煮沸時間

金属-EDTA 錯体生成のための煮沸時間とリンの回収率との関係について調べた。クロムの場合アンモニア水で pH 2.7 $\pm$ 0.1 に調節し、鉄、ニッケル、銅の場合は pH 4.0 $\pm$ 0.1 にした後、煮沸時間を 8, 15, 30, 60 分と変化した。その結果、クロム 1.0 g 中のリン 50.0 μg の回収率はいずれの煮沸時間でも約 98% であり、8 分以上の煮沸でクロムは完全に EDTA でマスキングできることが分かった。亜硫酸水素ナトリウムで三価に還元されたクロムは、EDTA と錯体を生成するため、アンモニアアルカリ性で水酸化クロムとして沈殿しない。又、共沈剤であるベリリウム (10.0 mg) へのクロム (溶液中 1.0 g) の吸着量も 0.2~0.3 mg ($n=6$) と極めて少なかった。つまり、クロム(III) は EDTA 錯体を生成しにくいと言われている¹⁴⁾が、比較的容易に生成することが分かった。更に他の金属も 8~60 分の煮沸時間で十分に EDTA でマスキング可能であった。このため、実際の分析操作では煮沸時間を 15 分とした。

3・3 水酸化ベリリウム沈殿生成時の pH 及び水冷時間

クロム、ニッケル、銅の各金属 1.0 g について、それらの金属の EDTA 錯体が共存するときにリンを水酸化ベリリウムで共沈するための pH の条件について検討した。水酸化ベリリウム沈殿生成時の pH を 9.0~10.0 の範囲で変化させたときのリン 50.0 μg の回収率を調べた結果、これらの金属中のリンは検討した pH の全範

Table 2 Effect of amount of beryllium on recovery of phosphorus (matrix 1.0 g)

Be/mg	Recovery, %		
	Cr	Ni	Cu
2.5	95.3	—	—
5.0	96.3	99.4	99.7
10.0	99.4	99.7	99.9
15.0	98.9	99.2	99.4
20.0	97.6	—	—

P added: 50.0 μg ; EDTA concentration: about 0.067 (w/v%); Coprecipitation condition: pH 9.7 $\pm$ 0.2

囲で定量的に回収できることが分かった。

又、水酸化ベリリウム沈殿生成のための加熱後の水冷時間についても検討した。その結果、15 分的水冷時間ではリンの回収率は 92% と不完全であったが、30 分的水冷時間でリンは定量的に回収され、実験を行った 24 時間までは回収率に変化はなかった。従って、実際の分析操作では水冷時間を 30 分とした。これらのことから流水中の冷却で水酸化ベリリウムの沈殿の生成及びリンの共沈は比較的速やかに進行していることが分かった。

3・4 共沈剤としてのベリリウム量

クロム、ニッケル、銅の各金属 1.0 g について、共沈に必要なベリリウム量を検討した。ベリリウムの量を 2.5~20.0 mg の範囲で変化させたときのリン 50.0 μg の回収率を調べた。その結果を Table 2 に示すが、ニッケル及び銅中のリンは 5.0 mg 以上のベリリウムで、又クロム中のリンは 10.0 mg 以上のベリリウムで定量的

Table 3 Effect of sample weight on recovery of phosphorus

Weight/g	Recovery, %			
	Cr	Ni	Cu	Fe 1.0 g+Cr
0.00	100.0	100.0	100.0	100.0
0.10	99.8	100.5	99.5	99.1
0.25	98.6	100.5	98.8	101.1
0.50	99.3	100.2	98.4	101.6
0.75	99.5	99.3	100.2	99.3
1.00	97.9	100.3	100.2	100.0
1.25	98.1	99.8	100.5	—
1.50	97.7	99.5	100.0	—

P added: 50.0 μg ; EDTA concentration: about 0.067 (w/v %); Coprecipitation condition: pH 9.7 $\pm$ 0.2

に回収できることが分かった。しかし、15.0, 20.0 mg とベリリウム量を増加させると、徐々にではあるがリンの回収率は低下していく傾向にあった。これらのことから、実際の分析操作では 10.0 mg のベリリウムを使用することにした。

3.5 試料量による影響

共存する金属量がリンの回収率に及ぼす影響について検討した。クロム、ニッケル、銅をそれぞれ 0~1.5 g の範囲で変化させたときのリン 50.0 μg の回収率を調べ、その結果を Table 3 に示す。但し、金属量が 1.25 g と 1.5 g の場合は 15.0 g の EDTA を使用した。ニッケル、銅は金属量にかかわらず 1.5 g までリンの回収率に影響を与えない。又、クロムは、クロム単独と合金を想定し鉄 1.0 g にクロムを添加した試料について検討し、どちらもリンの回収率はほぼ一定であった。

3.6 発色におけるヒ素の影響

ヒ素はリンと同様に水酸化ベリリウムで共沈し、又モリブドヒ素酸を生成してリンの定量を妨害すると思われるのでその影響について検討した。

石英ビーカー (200 ml) にリン 5.0 μg とヒ素をそれぞれ 0~50.0 μg 添加し、更にベリリウム 10 mg と過塩素酸 5.0 ml を加え加熱後、乾固近くまで過塩素酸の白煙を発生させた。塩を少量の水で溶解後 100 ml メスフラスコに移し、JIS 法⁹⁾により調製した発色試薬を用いて発色した。その結果、吸光度はヒ素の増加に伴い高くなり、10.0 μg のヒ素で既にその吸光度はリンの 2.5₂ μg に相当する値であった。JIS に 0.1 mg 以下のヒ素はリンの発色に影響を与えないと記載されているにもかかわらず、

Table 4 Recovery of phosphorus

Sample	Added/ μg	Found/ μg	Recovery, %	n	RSD, %
Cr	—	<0.4 ₆	—	1	—
	5.0	5.0 ₈	101.6	6	1.7 ₇
Ni	—	0.5 ₇	—	1	—
	5.0	5.5 ₉	100.4	6	2.4 ₃
Cu	—	1.2 ₆	—	1	—
	5.0	6.1 ₇	98.2	6	1.4 ₁
Fe-18Cr	—	0.5 ₇	—	1	—
	5.0	5.5 ₀	98.6	10	2.4 ₀

Metal 1.0 g + P 5.0 μg

Table 5 Determination of phosphorus in high purity metals and alloys

Sample	Found/ $\mu\text{g g}^{-1}$	n	RSD, %	Other method ^{††} / $\mu\text{g g}^{-1}$
Cr	0.5 ₉	6	15.7	—
Ni	<0.4 ₆	6	—	—
Cu	1.5 ₈	6	5.4 ₁	—
Heat resisiting super alloy [†]	6.0 ₄	11	4.5 ₃	(8 [†])
Fe-30Cr	7.6 ₃	2	—	8.2
Fe-18Cr	16.0 ₅	2	—	17.1
Fe-18Cr	6.3 ₄	2	—	6.7

[†] JSS 683-2 (Ni 73.4%, Cr 15.8%, Fe: 9.7%), reference value: 8 $\mu\text{g g}^{-1}$; ^{††} JIS G 1214 (1980), molybdophosphoric acid blue spectrophotometry

らず、このような結果が得られたのは JIS 法と本法の発色時における硫酸濃度の違いによるものと思われる。つまり JIS 法の場合、発色前の試料溶液は常に 10 ml で、発色試薬を加えた後の発色時の全液量は 45 ml である。それに対し本法の場合、試料溶液は塩を水で溶解しメスフラスコに移すため約 50 ml ほどで、そのため発色時の全液量が約 85 ml と JIS 法の約 2 倍になる。その結果、同じ発色試薬を用いた場合、発色時の硫酸濃度は JIS 法の約 1/2 になる。発色時の硫酸濃度を JIS 法と同様にするために発色試薬中の硫酸濃度を JIS 法の 2 倍にし先の実験を行った結果、ヒ素及びリンの吸光度は低くなった。そこで、試薬中の硫酸濃度だけでなくモリブデン酸アンモニウムの濃度、更に還元剤である硫酸ヒドラジンの濃度をも 2 倍にし先の実験を行った結果、リンは JIS 法と同じ感度で発色した。又、ヒ素も 10.0 μg でリンの 0.2₃ μg 相当の吸光度に抑えることができた。本法が対照としている高純度金属中のヒ素の

含有量は多くて $10.0 \mu\text{g}$ 以下であるので, すべての濃度を 2 倍にした発色試薬を用いることでヒ素の影響を取り除くことができた. 又, ヒ素を $10.0 \mu\text{g}$ 以上含んでいる試料については, 発色前に臭化水素酸で除去する⁴⁾ことにした.

3.7 微量リンの回収率とその再現性

クロム, ニッケル, 銅及び鉄-クロム合金のそれぞれ 1.0 g にリン $5.0 \mu\text{g}$ を添加し, 2.3 の分析操作に従い共沈分離を行ったときのリンの回収率とその再現性を Table 4 に示す. その結果, 検討したすべての金属でリンはほぼ 100% 回収され, その RSD も 2.5% 以下と良い再現性が得られた. よって, 本法はリンの含有量が微量である高純度金属中のリンの定量法として有効であると思われる.

3.8 高純度金属中のリンの定量結果

本法によって, 高純度クロム, ニッケル, 銅, 耐熱超合金 (JSS 683-2) 及び高純度合金として作られた鉄-クロム合金中のリンを定量し, その結果を Table 5 に示す. 高純度金属の場合, 別法との比較はできなかったが, 日本鉄鋼認証標準物質の耐熱超合金 (JSS 683-2) については参考値 $8 \mu\text{g g}^{-1}$ に対して, 本法では $6.0 \mu\text{g g}^{-1}$ という定量値が得られた. 又, 鉄-クロム合金については JIS 法による定量も行いそれらの結果を比較した. JIS 法は二塩化二酸化クロム揮散-モリブドリン酸青吸光光度法⁸⁾である. 本法は試料中の全リンを発色しているため高い吸光度での測定が可能であるのに対し, JIS 法は試料溶解後 10 分の 1 を分取し発色するので感度が悪く, 定量誤差も大きい. それらのことを考慮すると Table 5 による結果はよく一致していると思われる. 高純度クロム中のリンの RSD が高いのは, 試料中のリンが微量で定量値が定量下限に近いためと思われる.

る. 本法の全操作を含めたから試験値の吸光度は 0.015 であり, その標準偏差 ($n=10$) の 6 倍に相当する量をリンの定量下限とすると, $0.46 \mu\text{g g}^{-1}$ であった.

以上の結果から, 高純度鉄中の微量リンの分離法として使用した EDTA 共存水酸化ベリリウム共沈分離法が, 高純度クロム, ニッケル, 銅, 及び鉄-クロム合金中の微量リンの定量にもほぼ同様に適用可能であることが分かった.

本報告をまとめるに当たり御指導いただいた東北大学金属材料研究所広川吉之助教授並びに高純度金属を提供いただいた安彦兼次助教授に感謝致します.

(1992 年 9 月, 日本分析化学会)
(第 41 年会において一部発表)

文 献

- 1) 本水昌二: ぶんせき, **1983**, 961.
- 2) 檀崎祐悦, 細谷 稔, 佐瀬正彦: 分析化学, **32**, T28 (1983).
- 3) 吉川裕泰, 岩田英夫, 三角 武: 分析化学, **38**, T134 (1989).
- 4) 石黒三岐雄, 細谷 稔, 高田九二雄: 分析化学, **40**, 71 (1991).
- 5) 柳原 正, 俣野宣久, 川瀬 晃, 小川春乃: 分析化学, **10**, 467 (1961).
- 6) 猪熊康夫, 蔵保浩文: 分析化学, **34**, T170 (1985).
- 7) 猪熊繁夫, 土屋武久, 磯村庄二: 分析化学, **15**, 1378 (1966).
- 8) JIS G 1214, 鉄及び鋼中のリンの定量法 (1980).
- 9) JIS G 1323, 金属クロム分析方法 (1989).
- 10) 吉野諭吉: 分析化学, **3**, 121 (1954).
- 11) 田口 茂, 後藤克之: ぶんせき, **1989**, 524.
- 12) 志田惇一, 岩淵範好, 杉本 晃, 松尾 力: 分析化学, **32**, T129 (1983).
- 13) 戸沢浩一: 東北大学金属材料研究所共通施設技術研究報告, **14**, 71 (1991).
- 14) 上野景平: “キレート滴定法”, 改定 14 版, p. 294 (1972), (南江堂).



Spectrophotometric determination of trace amounts of phosphorus in high purity chromium, nickel, copper and iron-chromium alloy with molybdophosphate blue after separation by beryllium hydroxide coprecipitation. Toshiko ITAGAKI, Mikio ISHIKURO and Kunio TAKADA (Institute for Materials Research, Tohoku University, 2-1-1, Katahira, Aoba-ku, Sendai-shi, Miyagi 980-77)

Trace amounts of phosphorus in high purity chromium, nickel, copper and iron-chromium alloy were determined by molybdophosphate blue spectrophotometry after separation by beryllium hydroxide coprecipitation. The sample (1.0 g) was dissolved in perchloric acid and the solution was heated until fumes formed. After matrix elements

were masked with EDTA, the phosphorus was precipitated as BeNH_4PO_4 with $\text{Be}(\text{OH})_2$ in ammonia solution at $\text{pH } 9.7 \pm 0.2$. Then, the precipitate was dissolved in nitric acids and perchloric acids mixture, finally, the phosphorus was colorimetrically determined with the Molybdenum Blue method. The recovery of phosphorus determined in high purity chromium by coprecipitation decreased with increasing pH of the solution on formation of Cr-EDTA complex. However, since chromium could be completely masked under pH 2.7, phosphorus was quantitatively recovered. For the other metals, phosphorus was quantitatively recovered in the pH range from 1.5 to 5.0. The sample weight used in both present method and the JIS method for determination of phosphorus in iron and steel was 1.0 g. In JIS method, phosphorus in the sample were diluted to 1/10 and determined. However, in present method, all phosphorus in the sample were determined. Therefore, the limit of determination defined as the concentration equivalent to six times the standard deviation of the blank value was $0.46 \mu\text{g/g}$, and the lower concentration of phosphorus could be determined.

(Received February 14, 1994)

Keyword phrases

trace amount of phosphorus; separation by beryllium coprecipitation; molybdophosphate blue spectrophotometric method; high purity chromium, nickel, copper and iron-chromium alloy.
