

××××-××-××实施

××××-××-××发布

镍合金化学分析方法

第2部分:磷含量测定

钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of nickel alloys –

Part 2: Determination of phosphorus content –

Molybdenum blue molecular absorption spectrometric method

(ISO 9388:1992, Nickel alloys - Determination of phosphorus content - Molybdenum blue molecular absorption spectrometric method,MOD**)**

（预审稿）

GB/T XXXX.2—202×

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.60

CCS H 13

CCSCC霜ccccs

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会

发布

×

前言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T XXXX《镍合金化学分析方法》的第2部分。GB/TXXXX已经发布了以下部分；

——第1部分：铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；

——第2部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第3部分：铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：铝含量测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第6部分：硅含量测定 火焰原子吸收光谱法；

——第7部分：钒含量测定 火焰原子吸收光谱法；

——第8部分：钴、铬、铜、铁和锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本文件修改采用ISO 9388:1992《镍合金中磷含量的测定钼蓝分光光度法》，本文件与ISO 9388:1992 相比在结构上有较多调整，附录A中列出了本文件与ISO 9388:1992 的章条编号对照一览表。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC243)归口。

本文件起草单位：广东省科学院工业分析检测中心。

本文件主要起草人：。

镍合金化学分析方法

第2部分:磷含量测定

钼蓝分光光度法

1 范围

本文件规定了镍合金中磷含量的测定方法。

本文件适用于镍合金中磷含量的测定。测定范围：0.0010%~0.025%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第1部分：总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规范和试验方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器单标线容量瓶管（GB/T 12806—2011，ISO 1042:1998，NEQ）

GB/T 12808实验室玻璃仪器单标线吸量管

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经盐酸和硝酸分解，溶解于盐酸中，硫酸冒烟赶尽盐酸。Cr3+被过硫酸铵氧化成Cr6+。磷与三价铁反应生成磷酸铁沉淀，过滤后即可与铬分离。正磷酸铁沉淀可用氢氟酸-硝酸混合酸溶解。硼酸、酒石酸和硫酸的加入，可络合游离的氟离子，消除砷的干扰，并除去氮氧化物。用异丁醇提取磷钼杂多酸，还原磷钼杂多酸为磷钼蓝，并在水相中反萃。于分光光度计700nm处测量吸光度，计算磷的质量分数。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯试剂。

5.1水，GB/T 6682，二级。

5.2盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

5.3硝酸（*ρ=*1.42 g/mL）。

5.4硫酸（*ρ=*1.84 g/mL）。

5.5氢氟酸（*ρ=*1.13 g/mL）。

5.6氨水（ρ=0.89g/mL）。

5.7三氯甲烷

5.8异丁醇

5.9硝酸+盐酸混合酸（1+5），用时现配。

5.10盐酸（1+1）

5.11硝酸（1+1）

5.12硫酸（1+1）。

5.13硼酸溶液（40 g/L）。

5.14草酸溶液（10 g/L）。

5.15氨基磺酸溶液（50 g/L）。

5.16酒石酸溶液（100 g/L）。

5.17硝酸钠溶液（10 g/L）。

5.18过硫酸铵溶液（100 g/L），用时现配。

5.19硝酸铁溶液（0.18mol/L）

将7.2g[Fe(NO3)3·9H2O]溶于含有3 mL HNO3（5.3）的75mL水中，稀释至100 mL，混匀。

5.20硝酸银溶液（15 g/L），贮存于棕色玻璃瓶中。

5.21钼酸钠溶液（50 g/L）

将50 g二水钼酸钠（Na2MoO4·2H2O）和40 g氢氧化钠溶于200 mL水中，稀释至1000 mL。

5.22氯化钠+异丁醇洗液

称取23g氯化钠于烧杯中，用少量水溶解，加入50 mL盐酸（5.2），稀释至约900 mL，加入60mL异丁醇(5.8)，混匀，稀释至1000mL。

5.23还原溶液

5.23.1称取10g氯化亚锡（SnCl2·2H2O）于150mL烧杯中，加入25mL盐酸（5.2），加热溶解。冷却至室温后，用水稀释至50mL。溶液贮存于磨口试剂瓶中可稳定一周时间。

5.23.2 移取5.0mL氯化亚锡溶液（5.23.1）至250mL容量瓶中，加入10mL硫酸（5.12），用水稀释至刻度，混匀。用时现配。

5.24磷标准贮存溶液

称取预先经105 ℃～110 ℃烘干的0.4394g磷酸二氢钾于烧杯中，加入5mL硝酸（5.11），加入100 mL水，盖上表面皿，低温溶解。待溶解完全后，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100 µg磷。

5.25磷标准溶液

移取10.00 mL磷标准贮存溶液（5.24）于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 µg磷。

6 仪器设备

6.1 紫外可见分光光度计。

7 样品

样品为粉状或屑状。如样品在制样过程中被油污染，应当用高纯度的丙酮清洗，并在空气中干燥。

8 试验步骤

8.1 试料

按表1称取样品（7），精确至0.0001g。

表1试料量

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 试料量/g |
| 0.0010～0.010 | 0.30 |
| ＞0.010～0.025 | 0.20 |

8.2 空白试验

随同试料做空白试验。

8.3 测定

8.3.1将试料置于150mL烧杯中，加入7mL硝酸+盐酸混合酸（5.9），盖上表皿，加热片刻。把烧杯从电炉上取下，待反应平静后，再次加热直至完全溶解。加入5 mL H2SO4(5.12),加热至冒硫酸烟，不能蒸干。取下冷却至室温，加入5 mL硝酸（5.3)和30 mL水使盐类溶解。将溶液转移至400 mL烧杯中（溶液中可能含有难溶金属的水解物，应全部转移入烧杯中，如有必要，可使用橡胶刮勺）。

注1：通常试样的分解过程较剧烈，不需要过长的加热时间。难溶的镍基高温合金，可适量增加硝酸+盐酸混合酸（5.9）用量至15 mL～20 mL。铜含量高的合金，应加入7mL硝酸（5.11）。这种情况下，省略步骤8.3.1，直接按8.3.2进行。

8.3.2把溶液稀释至150 mL，加入3mL硝酸铁溶液（5.19），加热至近沸。加入10 mL硝酸银溶液（5.20）和30mL过硫酸铵溶液（5.18）。加热10min~15min，分解过量的过硫酸铵，用水稀释至250mL。边搅拌边加入10 mL氨水（5.6），至沉淀不再消失并过量15 mL，沉淀静置15 min。沉淀用快速滤纸过滤，加入少量纸浆。用硝酸钠溶液（5.17）洗至滤液中无黄色的Cr6+。

8.3.3 把沉淀和滤纸转移至已预先加入2mL氢氟酸（5.5）的聚四氟乙烯烧杯中，用10mL HNO3(5.11)洗原沉淀用烧杯，合并溶液于聚四氟乙烯烧杯中。小心加热至沉淀溶解，用塑料棒把滤纸搅散。用塑料漏斗，11cm的中速滤纸过滤，滤液用100mL 聚四氟乙烯烧杯收集。用5mL水洗沉淀两次，再用30mL硼酸溶液（5.13）洗一次。继续用水洗至滤液为60mL~70mL。

注2：必须保证在沉淀前所有的铬离子都被氧化成六价铬离子，且洗沉淀和滤纸至滤液中无六价铬离子。水合氧化物可在滤纸浆的存在下被快速过滤和洗涤。

8.3.4把滤液转移至250mL分液漏斗(最好带有四氟乙烯活塞)中。加入2 mL酒石酸溶液（5.16），1mL氨基磺酸溶液（5.15）和10 mL钼酸钠溶液（5.21）。混匀，加入20 mL异丁醇（5.8），强烈振荡2 min。静置分层后，下层水相移入另外一个分液漏斗中。向该分液漏斗中加入5 mL钼酸钠溶液（5.21）和10 mL异丁醇（5.8）。强烈振荡2 min，静置分层后弃去下层水相。把两次萃取的有机相合并，振摇片刻，静置后，弃去可能残留的水相。用20mL氯化钠+异丁醇洗液（5.22）洗涤有机相，振荡30 s。弃去水相，用20mL 氯化钠+异丁醇洗液（5.22）重复洗涤有机相两次，弃去洗涤液。

8.3.5向有机相中，依次加入40mL三氯甲烷（5.7），30mL水，10mL氯化亚锡溶液（5.23.2）和2 mL草酸溶液(5.14)。立刻振荡1 min，静置分层后，弃去下层有机相。把水相移入已预先加入5 mLHCl(5.10)的100 mL容量瓶中，用水冲洗分液漏斗并合并入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。放置20 min。

注3：氯化亚锡溶液和草酸溶液加入后，应立即摇匀。至少放置20 min才可显色完全。显色完全后的溶液可至少稳定20 h。

8.3.6将部分溶液移入2 cm吸收皿中，以水为参比，于分光光度计700 nm处测量吸光度。

8.4 工作曲线的绘制

8.4.1分别移取0 mL、0.50 mL，1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL磷标准溶液（5.25）于一组400 mL烧杯中，再加入5 mL硝酸（5.3），以下按8.3.2至8.3.5进行。

8.4.2 将部分溶液移入2 cm吸收皿中，以系列标准溶液中零浓度溶液为参比，于分光光度计700 nm处，测量吸光度，以磷的质量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

9 试验数据处理

磷含量以质量分数*w*P计，按公式（1）计算：

……………………………（1）

式中：

*m*1——自工作曲线上查得的磷量，单位为毫克（mg）；

*m*0——自工作曲线上查得的试剂空白中的磷量，单位为毫克（mg）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

结果保留两位有效数字。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）情况不超过5 %。重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*P/% | 0.001X | 0.006X | 0.01X | 0.02X |
| *r/*% |  |  |  |  |

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5 %，再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*P/% | 0.001X | 0.006X | 0.01X | 0.02X |
| *R/*% |  |  |  |  |

11 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

a）样品；

b）使用的标准（包括发布或出版年号）；

c）分析结果及其表示；

d）与基本分析步骤的差异；

e）测定中观察到的异常现象；

f）试验日期