



中华人民共和国国家标准

GB/T 24583.5—2009

钒氮合金 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法

Vanadium-Nitrogen alloy—Determination of phosphorus content—
The bismuth molybdenum blue spectrophotometry method

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 24583 的本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位：攀枝花钢铁(集团)公司、攀枝花出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：唐建伟、郑小敏、李叙生、甘国建、颜启光、钱裕祥、任小青。

钒氮合金 磷含量的测定

铋磷钼蓝分光光度法

警告:使用 GB/T 24583 本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 24583 的本部分规定了铋磷钼蓝分光光度法测定磷含量。

本部分适用于钒氮合金中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.100%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 24583 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规范和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试料以硝酸分解,用高锰酸钾将磷氧化为正磷酸。在 0.8 mol/L~1.2 mol/L 的硝酸介质中,磷与铋及钼酸铵生成络合物,以抗坏血酸还原成磷钼蓝,于分光光度计 700 nm 处,测量其吸光度。

4 试剂与材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 硝酸,1+1。

4.2 高锰酸钾溶液,20 g/L。

4.3 亚硝酸钠溶液,20 g/L。

4.4 硝酸铋溶液,10 g/L:称取 10 g 硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ 溶于硝酸(1+2)中并稀释至 1 L。

4.5 磷显色溶液:称取 40 g 酒石酸钾钠和 50 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中,稀释至 1 000 mL。

4.6 抗坏血酸溶液,20 g/L:用时配制。

4.7 磷标准溶液。

4.7.1 称取 0.439 4 g 预先于 105 °C 烘 1 h 并在干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾基准试剂,置于 400 mL 烧杯中,用水溶解,加入 2 mL 硝酸(4.1),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液的浓度为 100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磷。

4.7.2 移取 10.00 mL 磷标准溶液(4.7.1),置于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液浓度为 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磷。

4.8 钒底液,称取 0.420 0 g 五氧化二钒(纯度大于 99.99%),加水 10 mL,滴加氢氧化钠(400 g/L)至

溶解,用硝酸(4.1)调节至中性,再加入 30 mL 硝酸(4.1),定容至 100 mL。

5 试样

按照 GB/T 4010 的规定采取和制备,试样粒度应小于 0.125 mm。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

磷含量/%	试料量/g
0.010~0.020	0.300
>0.020~0.100	0.150

6.2 测定次数

对同一样品,至少独立测定 2 次。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试料的分解

将试料(6.1)置于 300 mL 锥形瓶中,用水润湿,加 30 mL 硝酸(4.1),低温加热溶解,待试料分解完全,滴加高锰酸钾溶液(4.2)至呈现稳定的紫红色,煮沸 1 min~2 min,取下,滴加亚硝酸钠溶液(4.3)至高锰酸钾的紫红色刚刚褪去,并过量 2 滴,继续煮沸 2 min,取下,冷却,转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 分液及处理

分取 10.00 mL 试液 2 份,分别置于 50 mL 容量瓶中。以下按 6.4.3 进行。

6.4.3 显色、测量

6.4.3.1 显色溶液:于一份试液(6.4.2)中加 5 mL 硝酸铋溶液(4.4),放置 1 min,加 5 mL 磷显色液(4.5),混匀,加入 5 mL 抗坏血酸溶液(4.6),用水稀释至刻度,混匀。

注:室温较低时,可适当水浴加热。

6.4.3.2 参比溶液:另一份试液(6.4.2)中加入 5 mL 硝酸铋溶液(4.4),5 mL 抗坏血酸溶液(4.6),用水稀释至刻度,混匀。

注:室温较低时,可适当水浴加热。

6.4.3.3 室温下放置 20 min,将部分显色溶液移入比色皿中,于分光光度计波长 700 nm 处,以参比溶液为参比,测量其吸光度,减去随同试料所做空白试验的吸光度。从校准曲线上查出相应的磷量。

6.5 校准曲线的绘制

移取 0、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 磷标准溶液(4.7.2),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 10.00 mL 钒底液(4.8),以下按 6.4.3.1 进行。室温下放置 20 min,将部分溶液移入比色皿中,于分光光度计波长 700 nm 处,以水为参比,测量其吸光度,减去试剂空白的吸光度,以磷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

7 分析结果的计算

7.1 磷含量的计算

按式(1)计算磷的含量(质量分数) w ,数值以%表示。

$$w = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m ——试料量,单位为克(g);

m_1 ——从工作曲线上查得的磷量,单位为微克(μg);

V ——试液定容体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

7.2 分析结果的表示

同一试样 2 次测定结果的差值如不大于允许差,则取其算术平均值作为分析结果,否则进行第 3 次测定。3 次测定结果的极差如不大于 1.2 倍允许差,则取 3 次测定结果的算术平均值作为分析结果,否则进行第 4 次测定。4 次测定结果的极差如不大于 1.3 倍允许差,则取 4 次测定结果的算术平均值作为分析结果;4 次测定结果的极差如大于 1.3 倍允许差,则取 4 次测定结果的中值作为分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 的规定修约至与允许差小数相同位数。

8 允许差

同一试样的 2 个测定结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差

%

磷含量(质量分数)	允许差
0.010~0.020	0.004
>0.020~0.040	0.006
>0.040~0.060	0.008
>0.060~0.100	0.010

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 鉴别试料、实验室和分析日期的资料；
- 遵守本部分规定的程度；
- 分析结果及其表示；
- 测定中观察到的异常现象；
- 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任选的操作。

中华人民共和国
国家标准
钒氮合金 磷含量的测定
钼磷钼蓝分光光度法
GB/T 24583.5—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

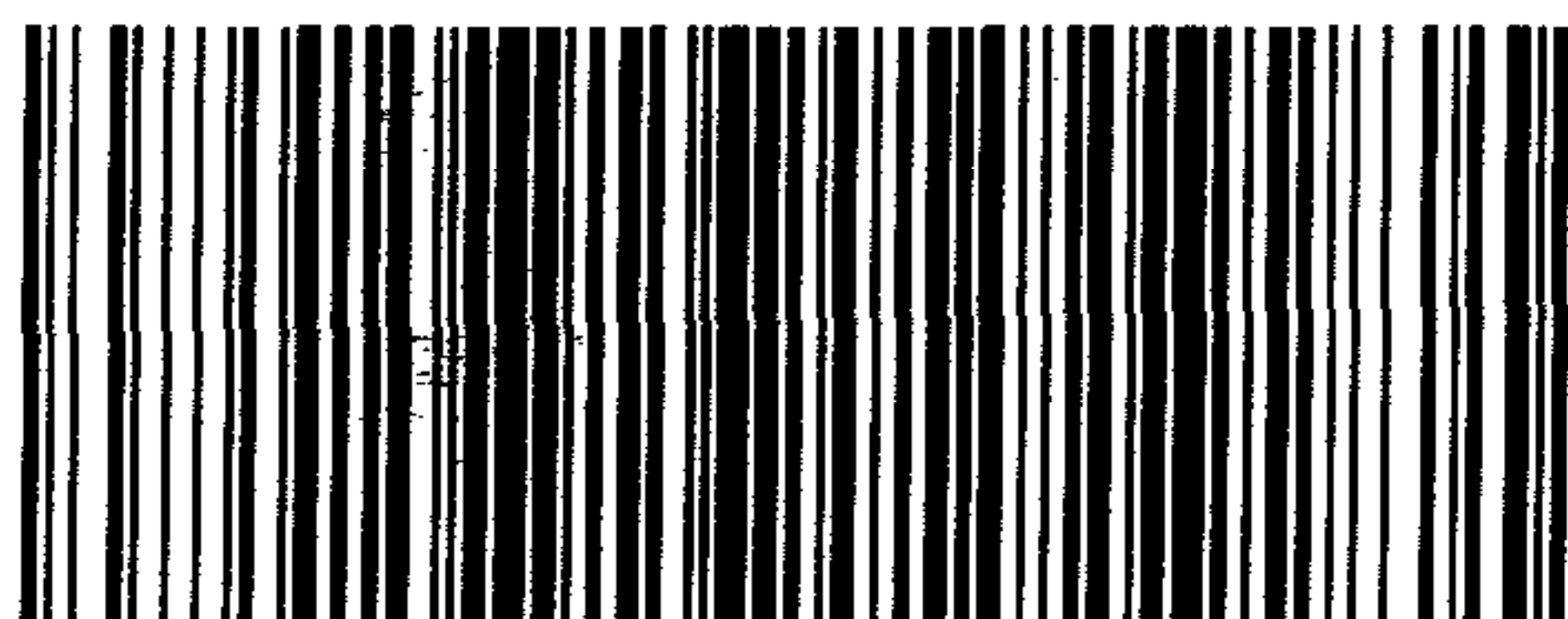
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-39402

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 24583.5-2009