



中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 109.8—2012

硅钡合金 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法

Silicon barium alloy—Determination of phosphorus content
—The molybdobismuthylphosphoric blue spectrophotometric method

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 的要求进行编写。

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(SAC/TC318)归口。

本部分起草单位：四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：唐华应、方艳、陈自斌。

本部分为首次发布。

硅钡合金 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法

警告——使用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

本部分规定了用铋磷钼蓝分光光度法测定硅钡合金中的磷含量。

本部分适用于硅钡合金中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.050%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的,凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 原理

试料用硝酸、氢氟酸分解,高氯酸冒烟将磷氧化为正磷酸。钼以硫酸钼沉淀形式过滤分离。在硫酸介质中,用硫代硫酸钠还原高价砷,磷与硝酸铋、钼酸铵形成三元配合物,用抗坏血酸还原为铋磷钼蓝,在分光光度计 700nm 波长处测量其吸光度。在校准曲线上查得磷的质量,计算得出试样中磷的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 硝酸, ρ 1.42g/mL。
- 4.2 高氯酸, ρ 1.67g/mL。
- 4.3 氢氟酸, ρ 1.15g/mL。
- 4.4 硫酸, 1+3。
- 4.5 硫酸, 1+4。
- 4.6 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶液, 10g/L。1L 中含 20g 无水亚硫酸钠,用时配制。
- 4.7 硝酸铋溶液, 30g/L。称取 30g 硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$,溶解于 200mL 硝酸(1+1)中,待完全溶解后,加入 4g 尿素,用水稀释至 1L,混匀。
- 4.8 钼酸铵溶液, 33g/L。称取 33g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于 400mL 烧杯中,加入 300mL 水,温热溶解完全,过滤后用水稀释至 1L,混匀。
- 4.9 抗坏血酸溶液, 10g/L。称取 5g 抗坏血酸,溶于 500mL 乙醇(1+1)中,混匀。用时配制。
- 4.10 硫酸铁铵溶液, 90g/L。称取 45g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 于 250mL 烧杯中,加入 10mL 硫酸(4.5),100mL 水,溶解完全后用水稀释至 500mL,混匀。此溶液 1mL 含铁约 10mg。
- 4.11 磷标准溶液
 - 4.11.1 称取 0.4394g 预先在 105℃~110℃烘干至恒重的磷酸二氢钾(KH_2PO_4)基准试剂于 250mL 烧杯中,用水溶解后移入 1000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含磷 100 μg 。
 - 4.11.2 移取 25.00mL 磷标准溶液(4.11.1)于 500mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含磷 5.0 μg 。