

ICS 77. 100

H 11

**YB**

# 中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 109. 5—2012

代替 YB/T 109. 5—1997

---

## 硅钡合金 磷含量的测定 钼蓝分光光度法

Silicon barium alloy—Determination of phosphorus content  
—The molybdenum 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。

本部分是对 YB/T 109.5—1997《硅钡合金化学分析法 钼蓝光度法测定磷量》的修订。

本部分代替 YB/T 109.5—1997《硅钡合金化学分析法 钼蓝光度法测定磷量》。

本部分与 YB/T 109.5—1997 比较,主要变化如下:

- 试料量由 1.00g 调整为 0.50g;
- 样品处理中增加了当试样中砷含量 $>0.1\%$ 时挥砷的操作步骤;
- 试液分取比由 10/200 调整为 10/100;
- 删去酸分解试样后残渣处理的操作步骤;
- 将分离硫酸钡的加热煮沸时间由 2min~3min 修改为 3min~4min;
- 将“温处静置 1h 后定容过滤”改为“冷却至室温后定容过滤”;
- 将“随同试样空白为参比”改为“以蒸馏水为参比溶液”;
- 校准曲线的绘制不经过溶样和分取的操作步骤,而是采用纯磷标准溶液直接显色绘制。

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。

本部分主要起草人:唐华应、方艳。

本部分所代替的历次版本发布情况为:

- YB/T 109.5—1997。

## 硅钡合金 磷含量的测定 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。钼以硫酸钡沉淀形式过滤分离。以亚硫酸氢钠还原铁,用钼酸铵-硫酸肼混合显色剂在沸水浴条件下使磷生成磷钼蓝,于分光光度计 825nm 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,ρ1.42g/mL。

4.2 盐酸,ρ1.19g/mL。

4.3 高氯酸,ρ1.67g/mL。

4.4 氢氟酸,ρ1.15g/mL。

4.5 氢溴酸,ρ1.49g/mL。

4.6 硫酸,5+95。

4.7 亚硫酸氢钠(NaHSO<sub>3</sub>)溶液,100g/L,用时配制。

#### 4.8 显色剂溶液

4.8.1 钼酸铵溶液,20g/L。称取 20g 钼酸铵[(NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O]溶解于 100mL 温水中,加入 650mL 硫酸(1+1),冷却至室温,用水稀释至 1L,混匀。

4.8.2 硫酸肼溶液,1.5g/L。用时配制。

4.8.3 显色剂溶液。取 25mL 钼酸铵溶液(4.8.1)、10mL 硫酸肼溶液(4.8.2)及 65mL 水,混匀。用时配制。

#### 4.9 磷标准溶液

4.9.1 称取 0.4394g 预先在 105℃~110℃烘干至恒重的磷酸二氢钾(KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)基准试剂于 250mL 烧杯中,用水溶解后移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含磷 100μg。

4.9.2 移取 25.00mL 磷标准溶液(4.9.1)于 500mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含磷 5.0μg。