

ICS 77.120.40  
H 71

# YS

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 539.12—2009  
代替 YS/T 539.12—2006

YS/T 539.12—2009

### 镍基合金粉化学分析方法 第 12 部分：磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—  
Part 12: Determination of phosphorus content—  
N-butyl alcohol-chloroform extraction spectrophotometry

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
镍基合金粉化学分析方法  
第 12 部分：磷量的测定  
正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法  
YS/T 539.12—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](http://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

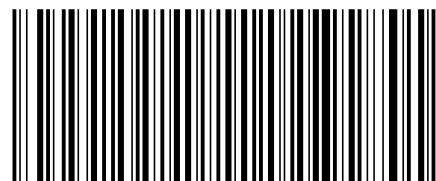
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

书号：155066·2-20571 定价 14.00 元

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



YS/T 539.12—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

### 5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于150 mL锥形瓶中,加入15 mL盐酸(3.2)和3 mL硝酸(3.3),加热溶解[难溶试料可滴加氢氟酸(3.4)助溶]。

5.4.2 加5 mL~10 mL高氯酸(3.5),加热蒸发至冒烟,使Cr(Ⅲ)氧化至Cr(Ⅵ),滴加2 mL~3 mL盐酸(3.2)挥散除大部分铬,继续冒烟,蒸至近干,冷却。加15 mL硝酸(3.3),加热溶解盐类,滴加亚硝酸钠溶液(3.7)还原高价铬至低价[含钨试料加6 mL柠檬酸(3.9),钨量为10 mg~20 mg加9 mL柠檬酸(3.9),加入氢氧化钠(3.1)至溶液呈碱性,加热使钨酸溶解,滴加硝酸(3.8)至溶液呈酸性,冷却],移入100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.4.3 移取20.00 mL试液(5.4.2)于125 mL分液漏斗中,补加8 mL硝酸(3.8)。

5.4.4 以水稀释至约45 mL,加20 mL正丁醇-三氯甲烷混合液(3.10)、12 mL钼酸铵溶液(3.6)[如试液中加入9 mL柠檬酸溶液(3.9)时,应加18 mL钼酸铵溶液(3.6)],立即剧烈振荡1 min,待两相分层后,将有机相放入另一盛有15 mL氯化亚锡(3.11)的分液漏斗中,轻摇15次,待两相分层后,将水相移入2 cm~3 cm比色皿中。

5.4.5 以水为参比,于分光光度计波长680 nm处测量其吸光度,减去随同试料空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的磷量。

### 5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL磷标准溶液B(3.13)分别置于125 mL分液漏斗中,加入8 mL硝酸(3.8),以下按5.4.4进行。

5.5.2 以水为参比,于分光光度计波长680 nm处测量其吸光度,减去试剂空白的吸光度,以磷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

磷含量以磷的质量分数 $w_P$ 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_P = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的磷量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料质量,单位为克(g)。

## 7 精密度

### 7.1 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( $r$ )的情况不超过5%。重复性限( $r$ )按表1数据采用线性内插法求得。

表 1

磷质量分数/%	0.002 5	0.010	0.050
重复性限/%	0.000 6	0.001	0.003

### 7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

## 前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为13个部分:

- 第1部分:硼量的测定 酸碱滴定法;
- 第2部分:铝量的测定 铬天青S分光光度法;
- 第3部分:硅量的测定 高氯酸脱水称量法;
- 第4部分:铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法;
- 第5部分:锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法;
- 第6部分:铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法;
- 第7部分:钴量的测定 亚硝基R盐分光光度法;
- 第8部分:铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法;
- 第9部分:铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法;
- 第10部分:钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法;
- 第11部分:钨量的测定 辛可宁称量法;
- 第12部分:磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法;
- 第13部分:氧量的测定 脉冲加热情气熔融-红外线吸收法。

本部分是YS/T 539的第12部分。

本部分代替YS/T 539.12—2006《镍基合金粉化学分析方法 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法测定磷量》。

本部分与YS/T 539.12—2006相比较主要变化如下:

- 增加了前言;
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位:北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人:刘芳、杨秋萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8638.12—1988;
- YS/T 539.12—2006。

# 镍基合金粉化学分析方法

## 第 12 部分:磷量的测定

### 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法

#### 1 范围

YS/T 539 的本部分规定了镍基合金粉中磷含量的测定方法。  
本部分适用于镍基合金粉中磷含量的测定,测定范围:0.001%~0.05%。

#### 2 方法提要

试料经混酸溶解,在硝酸介质中,正磷酸与钼酸铵生成的磷钼杂多酸被正丁醇-三氯甲烷萃取,以氯化亚锡将磷钼杂多酸还原并反萃取至水相中,于分光光度计波长 680 nm 处测量其吸光度。

#### 3 试剂

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去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 氢氧化钠。
- 3.2 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 3.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 3.4 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。
- 3.5 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。
- 3.6 钼酸铵溶液(100 g/L)。
- 3.7 亚硝酸钠溶液(300 g/L)。
- 3.8 硝酸(1+1):将硝酸(3.3)煮沸 3 min~5 min,驱尽氮的氧化物后配制。
- 3.9 柠檬酸溶液(100 g/L):用每 100 mL 溶液中含有 3.5 g 氢氧化钠的水溶液配制。
- 3.10 正丁醇-三氯甲烷混合液:一份正丁醇和三份三氯甲烷混合。
- 3.11 氯化亚锡溶液(10 g/L):1 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于 8 mL 盐酸(3.2)中,用水稀释至 100 mL,用时现配。
- 3.12 磷标准贮存溶液:称取预先经 105 °C~110 °C 烘干的 0.219 5 g 磷酸二氢钾基准试剂溶于水中,加 10 mL 硝酸(3.3),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 50  $\mu\text{g}$  磷。
- 3.13 磷标准溶液:移取 20.00 mL 磷标准贮存溶液(3.12)置于 1 000 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1  $\mu\text{g}$  磷。

#### 4 仪器

分光光度计。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试料

称取 0.10 g~0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。

##### 5.2 测定次数

独立的进行两次测定,取其平均值。