



中华人民共和国国家标准

GB/T 21931.3—2008/ISO 11400:1992

镍、镍铁和镍合金 磷含量的测定 磷钒钼黄分光光度法

Nickel, ferronickel and nickel alloys—Determination of phosphorus content—
Phosphovanomolybdate molecular absorption spectrometric method

(ISO 11400:1992, IDT)

2008-05-30 发布

2008-12-01 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 21931 的本部分等同采用国际标准 ISO 11400:1992《镍、镍铁和镍合金 磷含量的测定 磷钒钼黄分光光度法》。

本部分与 ISO 11400:1992 技术内容完全相同,为便于使用,本部分作了如下修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本部分”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言;
- d) 规范性引用文件采用国家标准。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:山西太钢不锈钢股份有限公司。

本部分主要起草人:戴学谦、胡建春、赵泳仙。

镍、镍铁和镍合金 磷含量的测定

磷钒钼黄分光光度法

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

GB/T 21931 的本部分规定了磷钒钼黄分光光度法测定镍、镍铁和镍合金中磷含量。

本部分适用于镍,镍铁和镍合金中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 5%~0.05%。

可用络合效应和挥发性(如,铬)排除砷、铬、铅、铈、硅、钽、钛和钨等元素的干扰。在干扰元素含量低时,所测量的磷含量最低达到 0.000 5%(质量分数)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 21931 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 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 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

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:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

3 原理

试样以盐酸和硝酸混合酸溶样,高氯酸冒烟,盐酸挥铬。硅高的化合物和难溶物加氟化物助溶,在高氯酸和硝酸的介质中,将磷转化成磷钒钼黄杂多酸。磷钒钼黄用甲基异丁基酮萃取,含砷的化合物用柠檬酸络合。

4 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与其纯度相当的水。

- 4.1 硝酸, ρ 1.42 g/mL。
- 4.2 盐酸, ρ 1.19 g/mL。
- 4.3 高氯酸, ρ 1.62 g/mL。
- 4.4 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。
- 4.5 硝酸,1+4。
- 4.6 柠檬酸溶液,500 g/L。称 500 g 柠檬酸溶于水,稀释至 1 000 mL,混匀。
- 4.7 甲基异丁基酮(又名 4-甲基-2-戊酮)。
- 4.8 钼酸铵溶液,150 g/L。称 150 g 钼酸铵溶于水,稀释至 1 000 mL,混匀。现用现配。如果空白值高或不稳定,需更换另一批号的试剂。
- 4.9 偏钒酸铵溶液,2.5 g/L。称 2.5 g 偏钒酸铵溶于水,稀释至 1 000 mL,混匀。
- 4.10 亚硝酸钠溶液,50 g/L。称 50 g 亚硝酸钠溶于水,稀释至 1 000 mL,混匀。