



中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.2—2008

代替 GB/T 5121.2—1996

GB/T 13293.6—1991

铜及铜合金化学分析方法 第2部分：磷含量的测定

Methods for chemical analysis of copper and copper alloys—
Part 2: Determination of phosphorus content

(ISO 4741:1984, Copper and copper alloys—
Determination of phosphorus content—
Molybdovanadate spectrometric method, MOD)

2008-06-17 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
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 5121《铜及铜合金化学分析方法》共有 27 部分。

- 第 1 部分:铜含量的测定;
- 第 2 部分:磷含量的测定;
- 第 3 部分:铅含量的测定;
- 第 4 部分:碳、硫含量的测定;
- 第 5 部分:镍含量的测定;
- 第 6 部分:铋含量的测定;
- 第 7 部分:砷含量的测定;
- 第 8 部分:氧含量的测定;
- 第 9 部分:铁含量的测定;
- 第 10 部分:锡含量的测定;
- 第 11 部分:锌含量的测定;
- 第 12 部分:铈含量的测定;
- 第 13 部分:铝含量的测定;
- 第 14 部分:锰含量的测定;
- 第 15 部分:钴含量的测定;
- 第 16 部分:铬含量的测定;
- 第 17 部分:铍含量的测定;
- 第 18 部分:镁含量的测定;
- 第 19 部分:银含量的测定;
- 第 20 部分:锆含量的测定;
- 第 21 部分:钛含量的测定;
- 第 22 部分:镉含量的测定;
- 第 23 部分:硅含量的测定;
- 第 24 部分:硒、碲含量的测定;
- 第 25 部分:硼含量的测定;
- 第 26 部分:汞含量的测定;
- 第 27 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 2 部分。

本部分包括方法一、方法二、方法三、方法四。磷的质量分数在 0.000 2%~0.000 5%仲裁时推荐采用方法二、磷的质量分数在 0.000 5%~0.50%仲裁时推荐采用方法二、方法三(锡青铜)。

本部分方法四等同采用 ISO 4741:1984《铜和铜合金——磷量的测定——钒钼酸盐光度法》,与国际标准相比作了如下编辑性修改:

- 用小数点“.”代替在国际标准中作为小数点的逗号“,”;
- 用“本方法”代替“本国际标准”;
- 修改了国际标准中非法定计量单位;
- 将公式、章条号、表号进行重新编序;
- 删除了国际标准中封面、目次、前言和引言。

本部分代替 GB/T 5121.2—1996《铜及铜合金化学分析方法 磷量的测定》、GB/T 13293.6—1991《高纯阴极铜化学分析方法 磷钒钼杂多酸-结晶紫分光光度法测定磷量》。

本部分与 GB/T 5121.2—1996、GB/T 13293.6—1991 相比主要有如下变动：

- 方法一是对 GB/T 13293.6—1991 的修订,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款;
- 方法二是对 GB/T 5121.2—1996 中“第一篇 方法 1 钼蓝分光光度法测定磷量”的修订,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款;
- 方法三是对 GB/T 5121.2—1996 中“第二篇 方法 2 钒钼黄分光光度法测定磷量”的修订,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款;
- 增加了方法四,等同采用 ISO 4741:1984《铜和铜合金——磷量的测定——钒钼酸盐光度法》。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由中铝洛阳铜业有限公司、北京矿冶研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法一由北京矿冶研究总院起草。

本部分方法一由铜陵有色设计院、北京有色金属研究总院参加起草。

本部分方法一主要起草人:冯先进、姜求韬、叶承权。

本部分方法一主要验证人:王晋平、罗咏梅、刘芳、高新秀。

本部分方法二、方法三由中铝洛阳铜业有限公司起草。

本部分方法二、方法三由北京有色金属研究总院、中铝沈阳有色金属加工有限公司参加起草。

本部分方法二主要起草人:夏庆珠、张建荣、温诗杰、王同玉。

本部分方法二主要验证人:刘芳、靳宽利、高新秀、刘艳。

本部分方法三主要起草人:夏庆珠、王同玉。

本部分方法三主要验证人:刘芳、靳宽利、高新秀、刘艳。

本部分方法四中由中铝洛阳铜业有限公司、北京矿冶研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所起草。

本部分方法四主要起草人:张敬华、李华昌、杨丽娟。

本部分方法四主要验证人:符斌、夏庆珠。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5121.2—1996、GB/T 13293.6—1991。

铜及铜合金化学分析方法

第2部分：磷含量的测定

1 方法一 磷钼杂多酸-结晶紫光光度法

1.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中磷含量的测定方法。

本方法适用于铜及铜合金中磷含量的测定。测定范围：0.000 05%~0.000 5%。

1.2 方法原理

试料用硝酸-硫酸混合酸溶解。驱逐氮的氧化物，以 $1 \text{ A/dm}^2 \sim 2 \text{ A/dm}^2$ 电流密度电解除铜，于稀硫酸介质中，在聚乙烯醇存在下，磷钼杂多酸与结晶紫形成红色离子缔合物，于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸度。

1.3 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。

1.3.1 硝酸(1+1)。

1.3.2 硫酸(0.5 mol/L)。

1.3.3 混合酸：5 单位体积硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)、2 单位体积硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)和 13 单位体积水混匀。

1.3.4 硫酸钾溶液(100 g/L)。

1.3.5 还原液：称取 1 g 亚硫酸氢钠、0.1 g 硫代硫酸钠，溶于 200 mL 水中，混匀。

1.3.6 钼酸铵-偏钒酸铵混合液：将 26 mL 钼酸铵溶液(40 g/L)(BV III)与 14 mL 偏钒酸铵溶液(2 g/L)混合，用水稀释至 1 000 mL，贮存于聚乙烯塑料瓶中。

1.3.7 聚乙烯醇溶液(5 g/L)。

1.3.8 结晶紫溶液(0.5 g/L)。

1.3.9 磷标准贮存溶液：称取 0.439 4 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)，预先经 $100^\circ\text{C} \sim 105^\circ\text{C}$ 烘干并置于干燥器中冷却至室温，置于 250 mL 烧杯中，加水溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 磷。

1.3.10 磷标准溶液：移取 10.00 mL 磷标准贮存液溶液(1.3.9)于 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 磷。

1.4 仪器

1.4.1 恒电流电解仪，附网状铂阴极、螺旋状铂阳极。

1.4.2 分光光度计。

1.5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

1.6 操作步骤

1.6.1 试料

按表 1 称取试样(1.5)，精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

磷的质量分数/%	试料量/g
0.000 05~0.000 1	2.000
>0.000 1~0.000 5	1.000