



团 体 标 准

T/CWAN 0029.5—2021

镍基焊接材料化学分析方法 第 5 部分：磷含量测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法

Methods for chemical analysis of nickel-base welding metals—
Part 5: Determination of phosphorus content—
N-butyl alcohol-chloroform extraction spectrophotometry

2020-01-12 发布

2021-03-01 实施

中国焊接协会 发 布

目 次

前言 III

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 总则 1

4 原理 1

5 试剂 2

6 仪器 2

7 试样 2

8 分析步骤 3

 8.1 试料 3

 8.2 测定次数 3

 8.3 空白试验 3

 8.4 测定 3

 8.5 工作曲线的绘制 3

9 分析结果计算 4

10 精密度..... 4

11 结果报告..... 4

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 T/CWAN 0029《镍基焊接材料化学分析方法》的第5部分。T/CWAN 0029 已经发布了以下部分：

- 第1部分：多元素含量测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：碳、硫含量测定 高频感应炉燃烧红外吸收法；
- 第3部分：氮含量测定 惰性气体熔融热导法；
- 第4部分：硅含量测定 钼蓝分光光度法；
- 第5部分：磷含量测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法。

本文件由中国焊接协会提出并归口。

本文件起草单位：哈尔滨焊接研究院有限公司、海盐中达金属电子材料有限公司、昆山京群焊材科技有限公司、哈尔滨威尔焊接有限责任公司、江苏联捷焊业科技有限公司、山西太钢不锈钢股份有限公司、江苏九洲新材料科技有限公司、湖南省永州市产商品质量监督检验所。

本文件主要起草人：韩蕾、吴汉民、童天旺、张风勇、梁裕、张瑜、刘跃庆、曾令平、白秀芳、刘满雨、蒋士芹、于可心。

引 言

镍及镍合金因具有优良的耐腐蚀性、强度、塑性和韧性、冶金稳定性、可加工性及可焊接性,广泛应用于海洋、环保、能源、石油化工、食品、军工、核电等领域。

镍及镍合金的广泛应用也推动了镍基焊材研发和生产,镍基焊接材料合金元素的成分与含量与镍基合金母材有较大的差异。母材的化学分析方法标准已不能满足镍基焊接材料分析要求。制定本标准的目的在于通过标准化的镍基焊接材料化学分析,为镍基焊接材料的研制、应用和生产提供重要保证。

本部分采用正丁醇-三氯甲烷萃取法测磷的含量,该方法是传统的化学分析法,具有易于操作、重现性好、线性范围宽、结果准确可靠等优点。

镍基焊接材料化学分析方法

第 5 部分：磷含量测定

正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了正丁醇-三氯甲烷萃取钼蓝光度法测定镍基焊接材料的磷含量。

本文件适用于镍基焊接材料(包含镍基焊条、焊丝、熔敷金属及焊粉)中质量分数为 0.001 0%～0.012%的磷含量。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 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 6379.2 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线性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 12809 实验室玻璃仪器 玻璃量器的设计和结构原理

GB/T 12810 实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 总则

3.1 除非另有说明，在分析中仅使用确认的分析纯试剂；所用水为蒸馏水、去离子水或相当纯度的水，应符合 GB/T 6682 的规定。

3.2 所用仪器均应在检定周期内，其性能应达到检定要求的技术参数指标；玻璃容器使用 GB/T 12806、GB/T 12808、GB/T 12809 中规定的 A 级，具体使用方法按照 GB/T 12810 的要求。

4 原理

试料经混合酸溶解，在硝酸介质中，正磷酸与钼酸铵生成磷钼杂多酸被正丁醇-三氯甲烷萃取，用氯化亚锡还原成磷钼杂多蓝，并萃取至水相中，于分光光度计波长 680 nm 处测量其吸光度。