



中华人民共和国国家标准

GB/T 24583.5—2009

钒氮合金 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法

Vanadium-Nitrogen alloy—Determination of phosphorus content—
The bismuth molybdenum blue spectrophotometry method

2009-10-30 发布

2010-05-01 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 24583 的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归口。

本部分主要起草单位：攀枝花钢铁(集团)公司、攀枝花出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：唐建伟、郑小敏、李叙生、甘国建、颜启光、钱裕祥、任小青。

钒氮合金 磷含量的测定

钼磷钼蓝分光光度法

警告:使用 GB/T 24583 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 24583 的本部分规定了钼磷钼蓝分光光度法测定磷含量。

本部分适用于钒氮合金中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.100%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 24583 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 6682 分析实验室用水规范和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试料以硝酸分解,用高锰酸钾将磷氧化为正磷酸。在 0.8 mol/L~1.2 mol/L 的硝酸介质中,磷与钼及钼酸铵生成络合物,以抗坏血酸还原成磷钼蓝,于分光光度计 700 nm 处,测量其吸光度。

4 试剂与材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 硝酸,1+1。

4.2 高锰酸钾溶液,20 g/L。

4.3 亚硝酸钠溶液,20 g/L。

4.4 硝酸钼溶液,10 g/L:称取 10 g 硝酸钼 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ 溶于硝酸(1+2)中并稀释至 1 L。

4.5 磷显色溶液:称取 40 g 酒石酸钾钠和 50 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中,稀释至 1 000 mL。

4.6 抗坏血酸溶液,20 g/L:用时配制。

4.7 磷标准溶液。

4.7.1 称取 0.439 4 g 预先于 105 °C 烘 1 h 并在干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾基准试剂,置于 400 mL 烧杯中,用水溶解,加入 2 mL 硝酸(4.1),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液的浓度为 100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磷。

4.7.2 移取 10.00 mL 磷标准溶液(4.7.1),置于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液浓度为 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磷。

4.8 钒底液,称取 0.420 0 g 五氧化二钒(纯度大于 99.99%),加水 10 mL,滴加氢氧化钠(400 g/L)至