

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 953.3—2014

火法冶炼镍基体料化学分析方法 第 3 部分：磷量的测定 铋磷钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of nickel substrate material—
Part 3: Determination of phosphorus content—
Bismuth phosphomolybdate blue spectrophotometric method

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
火法冶炼镍基体料化学分析方法
第3部分:磷量的测定
铋磷钼蓝分光光度法
YS/T 953.3—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:400-168-0010

010-68522006

2015年3月第一版

*

书号:155066·2-28363

版权专有 侵权必究

前 言

YS/T 953《火法冶炼镍基体料化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和丁二酮肟重量法；
- 第 2 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法；
- 第 3 部分：磷量的测定 钼磷钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 6 部分：钴量的测定 5-Cl-PADAB 分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铜量的测定 双环己酮草酰二脒分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 9 部分：碳、硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镍、铬、锰、钴、铜、磷量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 11 部分：铅、砷、镉、汞量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 YS/T 953 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中宝滨海镍业有限公司。

本部分起草单位：中宝滨海镍业有限公司、河南纳士科技股份有限公司。

本部分参与起草单位：广东省工业技术研究院(广州有色金属研究院)、山西太钢不锈钢股份有限公司。

本部分主要起草人：周建男、刘宪彬、张旭平、张俊芳、孙慧娜、戴凤英、陈晓东、乌静、刘爱坤、郭明健。

火法冶炼镍基体料化学分析方法

第3部分:磷量的测定

铋磷钼蓝分光光度法

1 范围

YS/T 953 的本部分规定了铋磷钼蓝分光光度法测定火法冶炼镍基体料中磷量。
本部分适用于火法冶炼镍基体料中磷量的测定。测定范围为 0.005 0%~0.150%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 方法提要

试料用盐酸、硝酸、氢氟酸分解,用高氯酸冒烟赶氟,并将偏磷酸氧化为正磷酸。在硫酸介质中,磷与钼酸铵形成铋磷钼黄,用抗坏血酸作还原剂,将铋磷钼黄还原为铋磷钼蓝。于分光光度计 690 nm 波长处测量其吸光度,计算磷量。

4 试剂

除另有说明,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与其纯度相当的水。

- 4.1 乙醇。
- 4.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。
- 4.3 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。
- 4.4 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。
- 4.5 高氯酸($\rho=1.67$ g/mL)。
- 4.6 氨水($\rho=0.91$ g/mL)。
- 4.7 硫酸(1+1)。
- 4.8 硫酸(1+4)。
- 4.9 酚酞指示剂(5 g/L):2.5 g 酚酞溶于 500 mL 乙醇(4.1)中。
- 4.10 硝酸铋溶液(10 g/L):称取 10 g 硝酸铋[Bi(NO₃)₃·5H₂O]于 400 mL 烧杯中,加入 25 mL 硝酸(4.2),加热溶解后,加入约 100 mL 水,加热驱逐氮氧化物,加 100 mL 硫酸(4.7),冷却至室温,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 4.11 钼酸铵溶液(24 g/L):称取 12 g 钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]溶于 500 mL 沸水中。
- 4.12 抗坏血酸溶液(20 g/L):称取 2 g 抗坏血酸溶于 50 mL 水中,加入 50 mL 乙醇(4.1),混匀(用时配制)。
- 4.13 磷标准溶液。