



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 539.12—2009
代替 YS/T 539.12—2006

镍基合金粉化学分析方法 第 12 部分：磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—
Part 12: Determination of phosphorus content—
N-butyl alcohol-chloroform extraction spectrophotometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为 13 个部分：

- 第 1 部分：硼量的测定 酸碱滴定法；
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 3 部分：硅量的测定 高氯酸脱水称量法；
- 第 4 部分：铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法；
- 第 6 部分：铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法；
- 第 7 部分：钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法；
- 第 8 部分：铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 9 部分：铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法；
- 第 10 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 11 部分：钨量的测定 辛可宁称量法；
- 第 12 部分：磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 13 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法。

本部分是 YS/T 539 的第 12 部分。

本部分代替 YS/T 539.12—2006《镍基合金粉化学分析方法 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法测定磷量》。

本部分与 YS/T 539.12—2006 相比较主要变化如下：

- 增加了前言；
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人：刘芳、杨秋萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8638.12—1988；
- YS/T 539.12—2006。

镍基合金粉化学分析方法

第 12 部分:磷量的测定

正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法

1 范围

YS/T 539 的本部分规定了镍基合金粉中磷含量的测定方法。
本部分适用于镍基合金粉中磷含量的测定,测定范围:0.001%~0.05%。

2 方法提要

试料经混酸溶解,在硝酸介质中,正磷酸与钼酸铵生成的磷钼杂多酸被正丁醇-三氯甲烷萃取,以氯化亚锡将磷钼杂多酸还原并反萃取至水相中,于分光光度计波长 680 nm 处测量其吸光度。

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。

- 3.1 氢氧化钠。
- 3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.4 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。
- 3.5 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 3.6 钼酸铵溶液(100 g/L)。
- 3.7 亚硝酸钠溶液(300 g/L)。
- 3.8 硝酸(1+1):将硝酸(3.3)煮沸 3 min~5 min,驱尽氮的氧化物后配制。
- 3.9 柠檬酸溶液(100 g/L):用每 100 mL 溶液中含有 3.5 g 氢氧化钠的水溶液配制。
- 3.10 正丁醇-三氯甲烷混合液:一份正丁醇和三份三氯甲烷混合。
- 3.11 氯化亚锡溶液(10 g/L):1 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 8 mL 盐酸(3.2)中,用水稀释至 100 mL,用时现配。
- 3.12 磷标准贮存溶液:称取预先经 105 °C~110 °C 烘干的 0.219 5 g 磷酸二氢钾基准试剂溶于水中,加 10 mL 硝酸(3.3),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 50 μg 磷。
- 3.13 磷标准溶液:移取 20.00 mL 磷标准贮存溶液(3.12)置于 1 000 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 磷。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.10 g~0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立的进行两次测定,取其平均值。