

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 574.4—2009
代替 YS/T 574.4—2006

电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量

Methods for chemical analysis of zirconium powder
for electro-vacuum uses—The molybdenum blue
spectrophotometric method for determination of phosphorus

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 574《电真空用锆粉化学分析方法》分为八个部分：

- YS/T 574.1 电真空用锆粉化学分析方法 重量法测定总锆及活性锆量；
- YS/T 574.2 电真空用锆粉化学分析方法 磺基水杨酸分光光度法测定铁量；
- YS/T 574.3 电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量；
- YS/T 574.4 电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量；
- YS/T 574.5 电真空用锆粉化学分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法测定钙、镁量；
- YS/T 574.6 电真空用锆粉化学分析方法 铬天青 S 分光光度法测定铝量；
- YS/T 574.7 电真空用锆粉化学分析方法 次甲基蓝分光光度法测定硫量；
- YS/T 574.8 电真空用锆粉化学分析方法 惰性气氛加热热导法测定氢量。

本部分为 YS/T 574 的第 4 部分。

本部分代替 YS/T 574.4《电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝光度法测定磷》(原 GB/T 3256.4—1982)。

本部分与 YS/T 574.4—2006 相比主要变化如下：

——补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由西部金属材料股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中信锦州铁合金股份有限公司、西北有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人：周金芝、叶红川、杨军红、李波、安宝兰、王翠香。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 574.4—2006。

电真空用锆粉化学分析方法

钼蓝分光光度法测定磷量

1 范围

本部分规定了锆粉中磷量的测定方法。

本部分适用于电真空用锆粉中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.001%~0.010%。

2 方法原理

试样用硝酸、氢氟酸分解,以硼酸掩蔽氟离子,用高锰酸钾将亚磷酸氧化为磷酸。在硝酸介质中,磷酸离子与钼酸铵形成磷钼黄杂多酸,用正丁醇-三氯甲烷混合溶液萃取,以氯化亚锡将磷钼黄还原为磷钼蓝并反萃取到水相中。于分光光度计 700 nm 处测量其吸光度。

锆基体无干扰。待测溶液中含砷、钛、铌各 1 000 μg 不干扰测定。含铜、镍各 800 μg 以下不干扰测定。

3 试剂

3.1 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL),优级纯。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硼酸饱和溶液。

3.4 硝酸(1+1):将硝酸(ρ 1.42 g/mL)煮沸 3 min~5 min,驱尽氮的氧化物后配制。

3.5 高锰酸钾溶液(40 g/L)。

3.6 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。

3.7 钼酸铵溶液(10 g/L)。

3.8 氯化亚锡溶液(10 g/L):称取 1.0 g 氯化亚锡,置于干燥的烧杯中,加入 8 mL 盐酸(3.2)溶解,用水稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

3.9 正丁醇-三氯甲烷混合溶液(1+3)。

3.10 磷标准贮存溶液:称取 0.439 4 g 预先在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h 的磷酸二氢钾(优级纯),置于 250 mL 烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 100 μg 磷。

3.11 磷标准溶液:移取 10.00 mL 磷标准贮存溶液(3.10),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 10 μg 磷。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。