



中华人民共和国国家标准

GB/T 42513.2—2023

镍合金化学分析方法 第2部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of nickel alloys—
Part 2: Determination of phosphorus content—
Molybdenum blue spectrophotometry

(ISO 9388:1992, Nickel alloys—Determination of phosphorus content—
Molybdenum blue molecular absorption spectrometric method, MOD)

2023-11-27 发布

2024-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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 GB/T 42513《镍合金化学分析方法》的第 2 部分。GB/T 42513 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；
- 第 2 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 3 部分：铝含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 4 部分：硅含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：钒含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件修改采用 ISO 9388:1992《镍合金 磷含量的测定 钼蓝分光光度法》。

本文件与 ISO 9388:1992 相比，在结构上有较多调整，两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录 A。

本文件与 ISO 9388:1992 相比，存在较多技术性差异，在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线(∟)进行了标示。这些技术差异及其原因一览表见附录 B。

本文件做了下列编辑性改动：

- 为与现有标准协调，将标准名称改为《镍合金化学分析方法 第 2 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本文件起草单位：广东省科学院工业分析检测中心、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、北矿检测技术股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、金川集团股份有限公司、甘肃精普检测科技有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、国合通用(青岛)测试评价有限公司、酒泉钢铁(集团)有限责任公司、呼伦贝尔驰宏矿业有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司。

本文件主要起草人：马艳芳、许洁瑜、张育诚、熊晓燕、胡胭脂、林韶阳、蒯丽君、郝俊、黄世明、唐国进、张顺娘、龙秀甲、王玮、温炜炜、张力久、薛婷婷、庄丽丽、杨志伟、吕长宽、刘岩、刘芳芳。

引 言

镍合金普遍用于仪器仪表、电子通信、压力容器、耐蚀装置,广泛用于航天航空以及高端特殊用途的机器设备制造等工业,是工业发展重要的金属原料之一。镍合金化学分析方法国际标准已经存在数十年,随着我国工业进步,对高端镍合金材料的生产和进出口需求增大,为此,将国际标准转化为国家标准对助力有色工业发展升级和国内制造业发展具有重要意义。GB/T 42513《镍合金化学分析方法》旨在建立一套完整且切实可行的检验镍合金中铬、磷、铌、钼、铝、钒、硅、钴、铜等元素的标准方法,转化以下国际标准:

- ISO 7592:2017 镍合金 铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法;
- ISO 9388:1992 镍合金 磷含量的测定 钼蓝分光光度法;
- ISO 7530-7:1992 镍合金 火焰原子吸收光谱 第7部分:铝含量的测定;
- ISO 7530-8:1992 镍合金 火焰原子吸收光谱 第8部分:硅含量的测定;
- ISO 7530-9:1993 镍合金 火焰原子吸收光谱 第9部分:钒含量的测定;
- ISO 11435:2011 镍合金 钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- ISO 7530-1:2015 镍合金 火焰原子吸收光谱分析 第1部分:钴、铬、铜、铁和锰含量的测定;
- ISO 22033:2011 镍合金 铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- ISO 11436:1993 镍和镍合金 总硼含量的测定 姜黄素吸收光谱法;
- ISO 23166:2018 镍合金 钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

GB/T 42513 拟由 13 个部分组成。

- 第1部分:铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法。
- 第2部分:磷含量的测定 钼蓝分光光度法。
- 第3部分:铝含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。
- 第4部分:硅含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和钼蓝分光光度法。
- 第5部分:钒含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。
- 第6部分:钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。
- 第7部分:钴、铬、铜、铁和锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法。
- 第8部分:铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。
- 第9部分:总硼含量的测定 姜黄素分光光度法。
- 第10部分:痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法。
- 第11部分:硅、锰、磷、铬、镍、铜、钼、钴、铁、铝、钒、钛、钨和铌含量的测定 X射线荧光光谱法(常规法)。
- 第12部分:钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。
- 第13部分:氧、氮和氢含量的测定 惰性气体熔融-热导法/红外吸收法。

磷是镍合金中的重要元素,磷含量的高低会显著影响其性能和寿命,镍合金中磷含量的测定对镍合金的生产使用具有重要意义。本文件能够促进我国镍合金检测技术的进步,保证行业从业人员在生产、应用、科研、检测过程中有标准可依,填补我国镍合金中磷含量测定方法的空白。

镍合金化学分析方法

第2部分:磷含量的测定

钼蓝分光光度法

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作实践经验。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

本文件描述了钼蓝分光光度法测定镍合金中磷含量的方法。

本文件适用于镍合金中磷含量的测定,测定范围(质量分数)为0.001 0%~0.025 %。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料经盐酸和硝酸分解,并加入硫酸冒烟赶尽盐酸。 Cr^{3+} 被过硫酸铵氧化成 Cr^{6+} 。磷与 Fe^{3+} 反应生成磷酸铁沉淀,过滤后即可与铬分离。正磷酸铁沉淀在氢氟酸-硝酸混合酸中溶解。加入硼酸、酒石酸和氨基磺酸,络合游离的氟离子,消除砷的干扰,并除去氮氧化物。用异丁醇萃取磷钼杂多酸,还原磷钼杂多酸为磷钼蓝,并在水相中反萃。于分光光度计700 nm处测量吸光度,计算磷的质量分数。

5 试剂或材料

警示——氢氟酸(5.4)对皮肤和黏膜具有极度刺激和腐蚀性,会产生严重的皮肤烧伤,愈合缓慢。如接触到皮肤,请用水冲洗干净,并寻求医疗咨询。

混合酸(5.8)性质不稳定且具有高腐蚀性。静置时会释放有毒气体(氯气),配制时应在通风橱内进行,且不应贮存于密闭容器中。

除非另有说明,在分析过程中仅使用认可的分析纯试剂以及蒸馏水或相当纯度的水。

5.1 盐酸: $\rho=1.18\text{ g/mL}$ 。

5.2 硝酸: $\rho=1.41\text{ g/mL}$ 。

5.3 硫酸: $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

5.4 氢氟酸: $\rho=1.15\text{ g/mL}$,48%(质量分数)HF。

5.5 氨水溶液: $\rho=0.89\text{ g/mL}$ 。

5.6 三氯甲烷(CHCl_3)。