



中华人民共和国国家标准

GB 8638.12—88

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

Nickel base alloy powder—Determination of phosphorus content
—N-butyl alcohol-chloroform extraction spectrophotometric method

1988-01-11 发布

1989-01-01 实施

国家标准局 发布

中华人民共和国国家标准

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

UDC 669.245-492.2
:543.062

GB 8638.12-88

Nickel base alloy powder—Determination of phosphorus content
— N-butyl alcohol-chloroform extraction spectrophotometric method

本标准适用于镍基合金粉末中磷量的测定。测定范围:0.001%~0.05%。
本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样经酸溶解,在硝酸介质中,正磷酸与钼酸铵生成的磷钼杂多酸可被正丁醇-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。

2 试剂

- 2.1 氢氧化钠,优级纯。
- 2.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 2.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 2.4 氢氟酸(ρ 1.15 g/ml)。
- 2.5 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 2.6 钼酸铵溶液(10%)。
- 2.7 亚硝酸钠溶液(30%)。
- 2.8 硝酸(1+1):将硝酸(2.3)煮沸 3~5 min,驱尽氮的氧化物后配制。
- 2.9 柠檬酸溶液(10%):用每 100 mL 溶液中含有 3.5 g 氢氧化钠的水溶液配制。
- 2.10 正丁醇-三氯甲烷混合液:一份正丁醇和三份三氯甲烷混合。
- 2.11 氯化亚锡溶液(1%):1 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 8 mL 盐酸(2.2)中,用水稀释至 100 mL,用时现配。
- 2.12 磷标准贮存溶液:称取预先经 105~110℃ 烘干的 0.219 5 g 磷酸二氢钾,溶于水中,加 10 mL 硝酸(2.3),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。
- 2.13 磷标准溶液:移取 20.00 mL 磷标准贮存溶液(2.12)置于 1 000 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸(2.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 磷。

3 仪器

分光光度计。