



中华人民共和国国家标准

GB/T 24583.5—2019
代替 GB/T 24583.5—2009

钒氮合金 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法

Vanadium-nitrogen—Determination of phosphorus content—
Bismuth molybdenum blue spectrophotometric method

2019-06-04 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 24583 钒氮合金的分析方法共分为 8 个部分：

- GB/T 24583.1 钒氮合金 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- GB/T 24583.2 钒氮合金 氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- GB/T 24583.3 钒氮合金 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法；
- GB/T 24583.4 钒氮合金 碳含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.5 钒氮合金 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法；
- GB/T 24583.6 钒氮合金 硫含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.7 钒氮合金 氧含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.8 钒氮合金 硅、锰、磷、铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 24583 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 24583.5—2009《钒氮合金 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法》。本部分与 GB/T 24583.5—2009 相比，主要技术变化如下：

- 修改了“规范性引用文件”(见第 2 章,2009 年版的第 2 章)；
- 增加了“仪器”(见第 5 章)；
- 修改了试样的采取和制备方法(见第 6 章,2009 年版的第 6 章)；
- 修改了校准曲线的绘制(见 7.6,2009 年版的 6.5)；
- 修改了分析结果的确定和表示(见第 8 章,2009 年版的第 7 章)；
- 用实验室间精密度共同试验数据统计的重复性限 r 和再现性限 R 代替了允许差(见第 9 章,2009 年版的第 8 章)。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁和铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位：攀钢集团有限公司、河钢股份有限公司承德分公司、国家钒钛制品质量监督检验中心、攀钢集团钒钛资源股份有限公司、交城义望铁合金有限责任公司、青岛中科联实验室技术服务有限公司、中冶建筑研究总院、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：郑小敏、汪雪梅、李兰杰、杨新能、周开著、成勇、钟华、章伟、曾晖、苏洋、刘雅健、杨平、冯宗平、高明磊、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 24583.5—2009。

钒氮合金 磷含量的测定

铋磷钼蓝分光光度法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

GB/T 24583 的本部分规定了铋磷钼蓝分光光度法测定钒氮合金中的磷含量。

本部分适用于钒氮合金中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.100%。

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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 20567 钒氮合金

3 原理

试料以硝酸分解,用高锰酸钾将磷氧化为正磷酸。在0.8 mol/L~1.2 mol/L的硝酸介质中,磷与铋及钼酸铵生成络合物,以抗坏血酸还原成磷钼蓝,于分光光度计700 nm处,测量其吸光度。

4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级及三级以上蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

4.1 硝酸,1+1。

4.2 高锰酸钾溶液,20 g/L。

4.3 亚硝酸钠溶液,20 g/L。

4.4 硝酸铋溶液,10 g/L。称取10 g硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ 溶于硝酸(1+2)中并稀释至1 L。

4.5 磷显色溶液,称取40 g酒石酸钾钠和50 g钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中,稀释至1 000 mL。

4.6 抗坏血酸溶液,20 g/L。用时配制。

4.7 磷标准溶液。

4.7.1 磷标准储备溶液,100.0 μg/mL。

称取 0.439 4 g 预先于 105 °C 烘 1 h 并在干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾基准试剂,置于 400 mL 烧杯中,用水溶解,加入 2 mL 硝酸(见 4.1),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液磷的浓度为 100.0 μg/mL。

4.7.2 磷标准溶液,2.0 μg/mL。

移取 10.00 mL 磷标准储备溶液(见 4.7.1)置于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液磷浓度为 2.0 μg/mL。

4.8 钒溶液,2.4 g/L。

称取 0.420 g 基准五氧化二钒于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 水,滴加氢氧化钠(400 g/L)至溶解,用硝酸(见 4.1)调节至中性,再加入 30 mL 硝酸(见 4.1),转入 100 mL 容量瓶中,定容。

5 仪器

5.1 容量瓶、吸量管应分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 要求。

5.2 分光光度计。

6 取样和制样

按照 GB/T 20567 采取和制备,试样应全部通过 0.125 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 测定次数

同一试料,至少独立测定 2 次。

7.2 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量及分取量

磷含量(质量分数)/%	试料量/g
0.010~0.020	0.300
>0.020~0.100	0.150

7.3 空白试验

随同试料进行空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

将试料(见 7.2)置于 300 mL 锥形瓶中,用水润湿,加 30 mL 硝酸(见 4.1),低温加热溶解,待试料分解完全,滴加高锰酸钾溶液(见 4.2)至呈现稳定的紫红色,煮沸 1 min~2 min,取下,滴加亚硝酸钠溶液(见 4.3)至高锰酸钾的紫红色刚刚褪去,并过量 2 滴,继续煮沸 2 min,取下,冷却,转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.5.2 分液及处理

分取 10.00 mL 试液 2 份,分别置于 50 mL 容量瓶中。以下按 7.5.3 进行。

7.5.3 显色、测量

7.5.3.1 显色溶液:于一份试液(见 7.5.2)中加 5 mL 硝酸铋溶液(见 4.4)(室温低于 15 ℃,可在水浴中加热至 25 ℃),放置 1 min,加 5.0 mL 磷显色溶液(见 4.5),混匀,加入 5.0 mL 抗坏血酸溶液(见 4.6),稀释至刻度,混匀。

7.5.3.2 参比溶液:另一份试液(见 7.5.2)中加入 5 mL 硝酸铋溶液(见 4.4)(室温低于 15 ℃,可在水浴中加热至 25 ℃),5.0 mL 抗坏血酸溶液(见 4.6),定容。

7.5.3.3 室温下放置 20 min(室温较低时,可适当水浴加热)。将部分显色溶液移入合适的比色皿中,于分光光度计波长 700 nm 处,以参比溶液为参比,测量其吸光度,减去随同试料所做空白试验(见 7.3)的吸光度。从校准曲线上查出相应的磷量。

7.6 校准曲线的绘制

7.6.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 磷标准溶液(见 4.7.2),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 10.00 mL 钒溶液(见 4.8),以下按 7.5.3.1 和 7.5.3.3 进行。

7.6.2 以零浓度校准溶液为参比,于分光光度计波长 700 nm 处测量各校准溶液的吸光度,以磷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

8 分析结果的计算和表示

8.1 磷含量的计算

按式(1)计算试样中磷含量 w_P ,以质量分数(%)表示:

$$w_P = \frac{m_1}{m \times \frac{V_1}{V} \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得的磷量,单位为微克(μg);

m ——试料量,单位为克(g);

V ——试液定容体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

8.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ,则取算术平均值作为分析结果。如

果两次独立分析结果差值的绝对值大于重复性限 r ，则按照附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 将数值修约至小数点后三位。

9 精密度

本部分的精密度数据是在 2017 年由 8 个实验室对 5 个水平的磷含量进行共同实验确定；每个实验室对每个水平的磷含量在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析，统计结果表明磷质量分数与其重复性限 r 和再现性限 R 间分别存在线性函数关系，精密度函数关系式见表 2。各实验室报出的原始数据参见附录 B。

表 2 精密度函数关系式

磷含量(质量分数)/%	重复性限 r	再现性限 R
0.010~0.100	$r=0.035\ 0\ \omega+0.005\ 3$	$R=0.089\ 4\ \omega+0.002\ 6$

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 采用标准编号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 结果的测定次数；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及本部分中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A
(规范性附录)
试验样分析值接受程序流程图

图 A.1 为试样分析结果接受程序流程图。

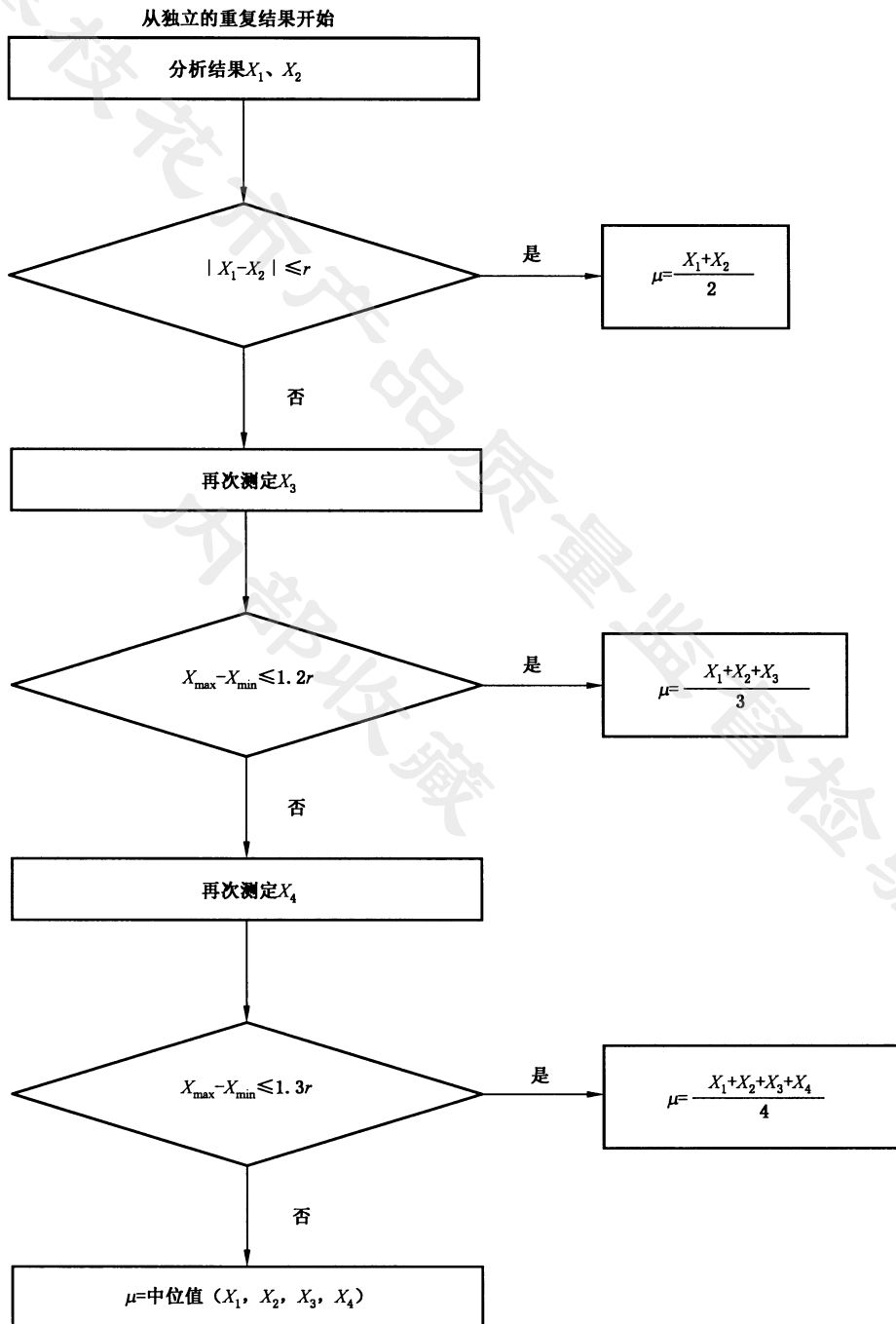


图 A.1 试验样分析值接受程序流程图

附 录 B
(资料性附录)
共同精密度试验原始数据

共同精密度试验原始数据见表 B.1。

表 B.1 精密度试验原始数据

样品	实验室测试磷含量(质量分数)/%							
	1	2	3	4	5	6	7	8
水平 1	0.010 2	0.010 9	0.010 3	0.010 0	0.011 4	0.011 9	0.010 2	0.009 8
	0.010 2	0.010 8	0.010 2	0.010 5	0.011 1	0.011 3	0.010 8	0.010 5
	0.010 8	0.011 3	0.010 7	0.010 6	0.011 08	0.011 3	0.010 5	0.010 8
水平 2	0.017 0	0.017 5	0.015 7	0.015 3	0.017 4	0.017 2	0.015 6	0.015 9
	0.015 8	0.017 4	0.015 6	0.015 8	0.017 8	0.016 9	0.015 7	0.016 5
	0.016 2	0.016 7	0.016 0	0.015 9	0.017 1	0.016 8	0.016 4	0.016 1
水平 3	0.042 5	0.046 6	0.044 8	0.042 9	0.041 8	0.046 2	0.044 8	0.044 0
	0.043 3	0.046 2	0.044 1	0.042 4	0.041 6	0.045 8	0.045 8	0.042 6
	0.044 1	0.045 9	0.044 4	0.042 2	0.042 9	0.045 6	0.044 9	0.042 6
水平 4	0.062 3	0.067 5	0.065 9	0.061 0	0.062 9	0.062 2	0.064 4	0.061 9
	0.061 6	0.067 8	0.064 4	0.062 0	0.061 5	0.063 0	0.065 9	0.061 1
	0.062 5	0.067 0	0.064 6	0.061 2	0.061 5	0.063 5	0.064 6	0.061 2
水平 5	0.096 6	0.100 4	0.098 6	0.093 1	0.097 2	0.103 7	0.099 5	0.096 4
	0.094 2	0.101 3	0.099 5	0.093 8	0.098 1	0.102 8	0.098 6	0.096 1
	0.096 3	0.100 9	0.099 1	0.093 6	0.096 0	0.103 0	0.099 1	0.097 3