



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3368—2012

碳钢、中低合金钢中磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法

Determination of phosphorus content in carbon steel and low-middle alloy steel—Phosphomolybdate blue spectrophotometric method

2012-12-12 发布

2013-07-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：胡德新、王昊云、陈焱、安鹏升、王兆瑞、马德起。

碳钢、中低合金钢中磷含量的测定

磷钼蓝分光光度法

1 范围

本标准规定了磷钼蓝分光光度法测定碳钢、中低合金钢中磷含量的方法。
本标准适用于碳钢、中低合金钢中磷含量的测定,测定范围为碳钢 0.005%~0.15%,中低合金钢 0.005%~0.10%。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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和再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 方法提要

碳钢用高氯酸溶解试样,中低合金钢用硝酸-盐酸混合酸、高氯酸分解试样后,在硫酸介质中与钼酸铵生成黄色络合物,用氯化亚锡将其还原为磷钼蓝,在分光光度计上于波长 660 nm 处测定吸光度。

4 试剂和材料

- 除另有说明外,所用试剂均为分析纯试剂,水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。
- 4.1 高氯酸($\rho=1.67\text{ g/mL}$)。
 - 4.2 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$)。
 - 4.3 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。
 - 4.4 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
 - 4.5 高氯酸(1+1)。
 - 4.6 硫酸(1+14)。
 - 4.7 硫酸(1+24)。
 - 4.8 硝酸-盐酸混合酸:量取 100 mL 硝酸(4.3),加入到 200 mL 盐酸(4.4)中,混匀。
 - 4.9 亚硫酸钠溶液(10%):称取 10 g 亚硫酸钠,溶于 60 mL 水中,用水稀释至 100 mL。
 - 4.10 钼酸铵溶液(5%):称取 5 g 钼酸铵,溶于 60 mL 水中,用水稀释至 100 mL。
 - 4.11 氟化钠溶液(2.4%):称取 2.4 g 氟化钠,溶于 60 mL 水中,用水稀释至 100 mL。
 - 4.12 氟化钠-氯化亚锡溶液:100 mL 氟化钠(4.11)溶液加入 0.2 g 氯化亚锡,用时配制。
 - 4.13 磷标准贮存溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):按 GB/T 602 配制或直接购买有证标准物质。

4.14 磷标准溶液(10 μg/mL):移取 10.00 mL 磷标准贮存溶液(4.13),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 磷。

5 仪器

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

6 取制样

按 GB/T 20066 规定进行取制样。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.1 g 试样,精确至 0.000 2 g。每个样品进行两次独立的平行测定。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 分解

7.3.1.1 碳钢试料的分解

根据表 1 规定,将试料(7.1)置于对应类型的钢铁量瓶中,加入 5 mL 高氯酸(4.1),在电热板上加热至冒白烟 2 min~3 min 后取下,冷却后按表 1 加入硫酸(4.7)。

表 1 碳钢试料的分解

碳钢范围(质量分数) %	钢铁量瓶类型 mL	加入硫酸体积 mL
0.005~0.10	50	10
>0.10~0.15	100	20

7.3.1.2 中低合金钢试料的分解

将试料(7.1)置于 50 毫升钢铁量瓶中,加入 5 mL 硝酸-盐酸混合酸(4.8),在电热板上加热至试样溶解,加入 5 mL 高氯酸(4.1),加热至冒白烟 2 min~3 min 后冷却,加入 10 mL 硫酸(4.6),滴加亚硫酸钠溶液(4.13)至高价铬还原完全并过量 1 mL。

注:滴加亚硫酸钠时,观察试液不再变浅即认为还原完全。

7.3.2 显色及测定

加热溶解后溶液至沸腾,加入 5 mL 钼酸铵溶液(4.10),摇匀,立即加入 20 mL 氟化钠-氯化亚锡溶

液(4.12),流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。将显色溶液移入 1 cm 比色皿中,在分光光度计上于波长 660 nm 处测量其吸光度,显色 5 min 后测定,在 30 min 内完成。

7.3.3 标准曲线的绘制

移取 0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 mL 磷标准溶液(4.14)置于 50 mL 钢铁量瓶中,以下按 7.3.1.1或 7.3.1.2 操作进行分解,并按 7.3.2 显色,测量吸光度。以磷量为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 结果计算

按式(1)计算磷的含量,以质量分数计:

$$X = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100$$

.....(1)

- 式中:
- X ——磷的含量(质量分数),%;
 - m ——试料量,单位为克(g);
 - m₁ ——从工作曲线上查得的磷含量,单位为克(g);
 - m₀ ——从工作曲线上查得的空白磷含量,单位为克(g)。

当结果小于或等于 0.1%时,结果保留一位有效数字,当结果大于 0.1%时,结果保留两位有效数字,取平行试验结果平均值。

9 精密度

由 9 家实验室对 5 个水平的试样进行测定,按 GB/T 6379.2 计算精密度,结果见表 2。

表 2 方法精密度

磷含量(质量分数) %	重复性限 r	再现性限 R
碳钢 0.005~0.15	r=0.001 0+0.074 2m	R=0.001 1+0.086 4m
中低合金钢 0.005~0.10	r=0.000 9+0.097 5m	R=0.001 0+0.110 6m
注: m 为两次测定结果的平均值。		

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
碳钢、中低合金钢中磷含量的测定
磷钼蓝分光光度法
SN/T 3368—2012

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
总编室:(010)64275323

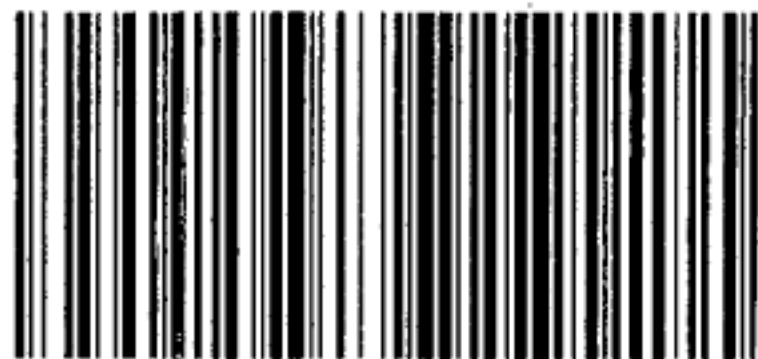
网址 www.spc.net.cn
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2013 年 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 · 2-25204 定价 14.00 元



SN/T 3368-2012