

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1075.12—20XX

钒铝、钼铝中间合金化学分析方法
第12部分：磷含量的测定
钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of vanadium-aluminium and
molybdenum-aluminium master alloys—
Part 12: Determination of phosphorus content—
Molybdenum blue spectrophotometry

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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YS/T 1075《钒铝、钼铝中间合金化学分析方法》的第12部分。YS/T 1075已经发布了以下部分：

- 第1部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第2部分：钼量的测定 钼酸铅重量法；
- 第3部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和硫酸亚铁铵滴定法；
- 第5部分：铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第6部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第7部分：氧量的测定 惰性气体熔融-红外法；
- 第8部分：钼、铝量的测定 X-荧光光谱法；
- 第9部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法；
- 第10部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第11部分：氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- 第12部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第13部分：铁、硅、钼、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、商洛天野新材料有限公司、承德天大钒业有限责任公司、宁夏东方钽业股份有限公司、北矿检测技术有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、国合通用（青岛）测试评价有限公司、忠世高新材料股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、大连融德特种材料有限公司、宝钛集团有限公司。

本文件主要起草人：王金磊、罗琳、薛丽英、孙宝莲、罗艳、侯丽伟、张俊峰、郝俊、韦猛、刘含笑、邹德玲、侯川、刘月菊、孔令臣。

引 言

钒铝、钼铝中间合金是生产高性能钛合金的重要中间合金，其作用包括改善合金化条件、提高合金成分均匀度、克服偏析和不熔（难熔）金属夹杂以及减少金属烧损率。随着航空航天用等高端钛合金的发展，对钒铝、钼铝中间合金的主元素波动范围和杂质元素上限含量都提出了更为严苛的要求。YS/T 1075 旨在通过实验研究建立一套完整且切实可行的钒铝、钼铝中间合金化学分析方法标准，拟由十三部分组成：

- 第 1 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 2 部分：钼量的测定 钼酸铅重量法；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第 7 部分：氧量的测定 惰性气体熔融-红外法；
- 第 8 部分：钼、铝量的测定 X-荧光光谱法；
- 第 9 部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法；
- 第 10 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- 第 12 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：铁、硅、钼、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件完善了钒铝、钼铝中间合金的生产产业链，对提升钒铝、钼铝中间合金在钛合金生产过程中的应用水平提供了有力支撑。

钒铝、钼铝中间合金化学分析方法

第12部分：磷含量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

本文件规定了钒铝、钼铝中间合金中磷含量的测定方法。

本文件适用于钒铝、钼铝中间合金中磷含量的测定。测定范围：0.005%~0.050%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用硝酸-氢氟酸混合酸溶解。加高锰酸钾将磷氧化为正磷酸，正磷酸与钼酸铵生成磷钼杂多酸，以抗坏血酸将其还原为磷钼蓝，于分光光度计波长 680 nm 处测量其吸光度。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 要求的实验室二级水。

5.1 氢氟酸 ($\rho=1.13$ g/mL)。

5.2 硝酸 (1+1)。

5.3 硼酸饱和溶液。

5.4 高锰酸钾溶液 (10 g/L)。

5.5 亚硝酸钠溶液 (10 g/L)。

5.6 硝酸铋溶液 (5 g/L)：将 5.0 g 硝酸铋溶解于 1 L 硫酸 (1+11) 中。

5.7 酒石酸钾钠-钼酸铵混合溶液：酒石酸钾钠溶液 (100 g/L) 与钼酸铵溶液 (50 g/L) 用时按 1:1 的比例混合。

YS/T 1075.12—20××

5.8 抗坏血酸溶液 (20 g/L), 用时现配。

5.9 磷标准贮存溶液: 称取预先经 105 °C~110 °C 烘干的 0.2195 g 磷酸二氢钾于 250 mL 烧杯中, 盖上表面皿, 加入 100 mL 水, 低温溶解。待溶解完全后, 加入 20 mL 硝酸 (5.2), 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 50 µg 磷。

5.10 磷标准溶液: 移取 20.00 mL 磷标准贮存溶液 (5.9) 于 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 硝酸 (5.2), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10 µg 磷。

6 仪器设备

分光光度计。

7 样品

样品粒度应小于 500 µm。

8 试验步骤

8.1 试料

按表 1 称取样品 (7), 精确至 0.0001 g。

表 1 称样量

磷的质量分数 %	试料质量 g
0.005~0.025	0.20
>0.025~0.050	0.10

8.2 平行试验

平行做两份试验, 取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。空白试验溶液需定容至 200 mL 容量瓶, 试剂用量做相应调整。

8.4 测定

8.4.1 将试料 (8.1) 置于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硝酸 (5.2), 滴加 3 滴~5 滴氢氟酸 (5.1), 低温加热溶解。待试料完全溶解后, 加入 20 mL 硼酸饱和溶液 (5.3), 滴加高锰酸钾溶液 (5.4) 氧化至溶液呈稳定的紫红色, 继续煮沸至出现褐色水合二氧化锰沉淀, 逐滴加入亚硝酸钠溶液 (5.5) 至溶液清亮, 并过量 1 滴。煮沸 1 min, 驱除氮的氧化物, 取下冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

8.4.2 移取 20.00 mL 试液 (8.4.1) 两份于两个 50 mL 比色管中, 一份用作显色液, 一份用作参比液。

8.4.3 显色液: 加入 5 mL 硝酸铋溶液 (5.6), 将其置于沸水浴上加热 30 s, 取下, 立即加入 5 mL 酒石酸钾钠-钼酸铵混合溶液 (5.7), 混匀。加入 5 mL 抗坏血酸溶液 (5.8), 流水冷却至室温, 用水稀释

至刻度，混匀。

8.4.4 参比液：加入 5 mL 硝酸铋溶液（5.6），将其置于沸水浴上加热 30 s，取下。加入 5 mL 抗坏血酸溶液（5.8），流水冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.5 分别移取显色液（8.4.3）和参比液（8.4.4）于 3 cm 比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长 680 nm 处测量显色液的吸光度，减去参比液的吸光度。从工作曲线上查得相应的磷量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取 20.00 mL 空白试验溶液（8.3）于一组 50 mL 比色管中，分别加入 0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL 磷标准溶液（5.10），以下按 8.4.3 进行。

8.5.2 移取部分试液（8.5.1）于 3 cm 比色皿中，以系列标准溶液中零浓度溶液为参比，于分光光度计波长 680 nm 处测量其吸光度，以磷量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

磷含量以磷的质量分数 w_p 计，按公式（1）计算：

$$w_p = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_p ——试料中磷元素的质量分数；

m_1 ——从工作曲线上查得的磷量，单位为微克（ μg ）；

V_0 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m_0 ——试料质量，单位为克（g）；

V ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留至小数点后第三位，按 GB/T 8170 的规定修约。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 2 给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）情况不超过 5%，重复性限（ r ）按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表 2 重复性限

$w_p/\%$	0.005	0.015	0.023	0.050
$r/\%$	0.001	0.003	0.004	0.005

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 3 给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）情况不超过 5%，再现性限（ R ）按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表3 再现性限

$w_p/\%$	0.005	0.015	0.023	0.050
$R/\%$	0.001	0.004	0.006	0.007

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 结果；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据由 10 家实验室对磷含量的 4 个不同水平样品进行共同试验确定。每个实验室对每个水平的磷含量在重复性条件下独立测定 11 次。测定的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

实验室	水平数	n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
	2	0.014	0.017	0.016	0.013	0.015	0.015	0.016	0.013	0.015	0.016	0.015
	3	0.020	0.021	0.019	0.020	0.022	0.018	0.020	0.018	0.020	0.021	0.020
	4	0.050	0.052	0.048	0.050	0.053	0.053	0.050	0.046	0.047	0.048	0.050
2	1	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
	2	0.016	0.013	0.013	0.014	0.015	0.014	0.014	0.015	0.015	0.016	0.014
	3	0.018	0.019	0.020	0.022	0.019	0.020	0.021	0.022	0.018	0.019	0.020
	4	0.050	0.052	0.047	0.048	0.049	0.052	0.051	0.049	0.053	0.053	0.049
3	1	0.004	0.004	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.004	0.005
	2	0.015	0.016	0.015	0.014	0.014	0.015	0.016	0.013	0.013	0.015	0.015
	3	0.024	0.025	0.025	0.024	0.024	0.022	0.023	0.023	0.024	0.022	0.025
	4	0.048	0.047	0.047	0.049	0.050	0.050	0.049	0.046	0.047	0.049	0.051
4	1	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
	2	0.014	0.014	0.015	0.016	0.017	0.017	0.015	0.016	0.014	0.015	0.014
	3	0.025	0.027	0.024	0.025	0.026	0.026	0.024	0.023	0.024	0.026	0.026
	4	0.051	0.048	0.052	0.049	0.050	0.048	0.050	0.052	0.050	0.049	0.050
5	1	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
	2	0.013	0.013	0.013	0.012	0.012	0.013	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013
	3	0.023	0.023	0.023	0.024	0.024	0.024	0.024	0.023	0.024	0.025	0.023
	4	0.046	0.047	0.046	0.045	0.047	0.045	0.046	0.045	0.047	0.048	0.046
6	1	0.005	0.006	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
	2	0.014	0.015	0.018	0.018	0.015	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.018
	3	0.023	0.022	0.026	0.025	0.024	0.025	0.026	0.026	0.027	0.027	0.028

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
6	4	0.052	0.051	0.051	0.050	0.049	0.048	0.051	0.052	0.053	0.054	0.052
7	1	0.006	0.006	0.006	0.005	0.006	0.006	0.005	0.006	0.006	0.005	0.006
	2	0.014	0.014	0.016	0.017	0.014	0.017	0.016	0.015	0.014	0.015	0.015
	3	0.025	0.025	0.025	0.026	0.025	0.028	0.027	0.027	0.024	0.026	0.025
	4	0.049	0.049	0.053	0.052	0.048	0.048	0.052	0.050	0.050	0.052	0.051
8	1	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
	2	0.015	0.015	0.015	0.016	0.016	0.016	0.017	0.017	0.017	0.015	0.016
	3	0.024	0.025	0.024	0.024	0.024	0.025	0.026	0.025	0.027	0.026	0.026
	4	0.050	0.052	0.051	0.052	0.052	0.049	0.047	0.047	0.047	0.048	0.049
9	1	0.006	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.006	0.005	0.005	0.005
	2	0.015	0.016	0.014	0.015	0.016	0.015	0.012	0.014	0.015	0.015	0.017
	3	0.024	0.025	0.024	0.026	0.025	0.026	0.026	0.025	0.024	0.024	0.026
	4	0.050	0.048	0.050	0.049	0.049	0.051	0.046	0.051	0.046	0.048	0.050
10	1	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.006
	2	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.016	0.016
	3	0.019	0.019	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.021	0.021
	4	0.048	0.049	0.050	0.050	0.050	0.051	0.052	0.053	0.053	0.055	0.057

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示