



中华人民共和国国家标准

GB/T 4699.3—2007
代替 GB/T 4699.3—1984、GB/T 5687.3—1985

GB/T 4699.3—2007

铬铁、硅铬合金和氮化铬铁 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法

Ferrochromium, silicochromium and nitrogen-bearing ferrochromium—
Determination of phosphorus content—
Molybdobismuthylphosphoric blue spectrophotometric method and
the molybdenum blue spectrophotometric method

中华人民共和国
国家标准
铬铁、硅铬合金和氮化铬铁
磷含量的测定
铋磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法
GB/T 4699.3—2007

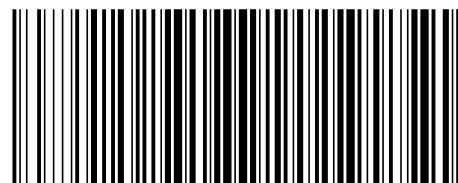
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2008年3月第一版 2008年3月第一次印刷

*
书号: 155066·1-30808 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 4699.3—2007

2007-10-25 发布

2008-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

表 2 允许差 %

磷含量(质量分数)	允许差
≤0.010	0.004
>0.010~0.040	0.006
>0.040~0.060	0.008
>0.060~0.10	0.010
>0.10~0.15	0.015

5 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期的资料;
- b) 遵守本部分规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任选的操作。

前 言

GB/T 4699 的本部分是对 GB/T 4699.3—1984《硅铬合金化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》和 GB/T 5687.3—1985《铬铁化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》的整合修订。

本部分包括了铋磷钼蓝分光光度法和钼蓝光度法两个测定铬铁、硅铬合金、氮化铬铁中磷含量的分析方法。

本部分代替 GB/T 4699.3—1984《硅铬合金化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》和 GB/T 5687.3—1985《铬铁化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》。

本部分与 GB/T 4699.3—1984 和 GB/T 5687.3—1985 比较,主要变化为:新增加了铋磷钼蓝分光光度法。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本部分主要起草人:唐华应、方艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4699.3—1984;

——GB/T 5687.3—1985。

- 4.2.6 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。
- 4.2.7 溴饱和盐酸。
- 4.2.8 盐酸, 1+1。
- 4.2.9 硫酸, 1+1。
- 4.2.10 氨水, ρ 0.90 g/mL。
- 4.2.11 氨水, 1+50。
- 4.2.12 三氯化铁溶液, 10 g/L。
- 4.2.13 亚硫酸氢钠溶液, 100 g/L。
- 4.2.14 抗坏血酸溶液, 12 g/L。乙醇(1+1)溶液, 用时配制。
- 4.2.15 显色剂溶液。
- 4.2.15.1 称取 20 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, 溶解在 100 mL 温水中, 然后加 700 mL 硫酸(4.2.9), 冷却后用水洗实至 1 L, 混匀。
- 4.2.15.2 称取 1.5 g 硫酸胍, 溶解于水中, 并稀释至 1 L, 混匀。
- 4.2.15.3 使用时取 25 mL 钼酸铵溶液(4.2.15.1)、10 mL 硫酸胍溶液(4.2.15.2)及 65 mL 水混匀。每次使用 25 mL。
- 4.2.16 磷标准溶液
称取 0.439 4 g 预先在 105℃~110℃烘至恒量的磷酸二氢钾(基准试剂)于 250 mL 烧杯中, 以水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含磷 100 μg 。

4.3 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

4.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样。高碳铬铁、氮化铬铁试样应通过 0.098 mm 筛孔, 硅铬合金试样应通过 0.125 mm 筛孔, 中、低、微碳铬铁和真空微碳铬铁的试样(钻取)应通过 1.68 mm 筛孔。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料量

称取 0.50 g 试样, 精确至 0.000 1 g。

4.5.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

4.5.3 测定

4.5.3.1 试料的分解与分析试液的制备

4.5.3.1.1 试料的酸溶分解方法 I (硅铬合金适用)

将试料(4.5.1)置于 100 mL 铂皿中, 加入 20 mL 硝酸(4.2.5), 把铂皿放在冷水浴中, 逐滴缓慢加入 5 mL~10 mL 氢氟酸(4.2.6)进行分解。微热溶解试样至无明显反应。加入 15 mL 高氯酸(4.2.3), 加热至冒高氯酸烟, 待液体变红后, 用温水将溶液转移入 300 mL 的烧杯中。继续加热至冒白烟, 在高氯酸的蒸气沿烧杯壁呈回流状态下保持加热约 10 min。

在加热该溶液的同时, 分次加入 5 mL 盐酸(4.2.4), 使铬挥发。继续加热将被还原的铬氧化后, 再加入 5 mL 盐酸(4.2.4), 反复挥铬。然后边加热边加入约 1 g 氯化钠(4.2.2), 使铬挥发, 再反复进行氯化钠的操作, 至不再出现氯化铬酰棕色蒸气, 继续使之产生白烟以除去氯。

自然冷却后, 加 40 mL 水溶解可溶性盐类。用放有少量纸浆的滤纸过滤入 200 mL 容量瓶中, 用温水洗涤滤纸 4 次~5 次, 流水冷却至室温, 用水稀释至刻度, 混匀。以下按 4.5.3.2 操作。

4.5.3.1.2 试料的酸溶分解方法 II (中、低、微碳铬铁和真空微碳铬铁适用)

将试料(4.5.1)置于 300 mL 的烧杯中, 盖上表皿, 加入 20 mL 溴饱和盐酸(4.2.7)加热至试样完全

铬铁、硅铬合金和氮化铬铁

磷含量的测定

钼磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法

警告——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 4699 的本部分规定了用钼磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法测定磷含量。

本部分适用于铬铁、真空微碳铬铁、氮化铬铁和硅铬合金中磷含量的测定, 钼磷钼蓝分光光度法测定范围(质量分数): 0.008%~0.080%; 钼蓝光度法测定范围(质量分数): <0.15%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 4699 的本部分中的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件, 其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分, 然而, 鼓励根据本部分达成协议各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法一 钼磷钼蓝分光光度法

3.1 原理

试料用盐酸-过氧化氢或者用硝酸-氢氟酸分解, 在高氯酸冒烟状态下, 用盐酸挥铬; 或用无水碳酸钠-过氧化钠混合熔剂熔融分解。在硫酸介质中, 用硫代硫酸钠还原高价砷, 磷与硝酸钼、钼酸铵形成三元配合物, 用抗坏血酸还原后磷形成钼磷钼蓝, 于分光光度计上 700 nm 波长处测量其吸光度。

3.2 试剂和材料

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 过氧化钠, 固体。

3.2.2 无水碳酸钠, 固体。

3.2.3 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。

3.2.4 盐酸, ρ 1.19 g/mL。

3.2.5 过氧化氢, ρ 1.10 g/mL, 优级纯。

3.2.6 硝酸, ρ 1.42 g/mL。

3.2.7 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。

3.2.8 硫酸, 1+1。

3.2.9 硫酸, 1+2

3.2.10 亚硫酸钠溶液, 100 g/L。称取 100 g 无水亚硫酸钠, 溶于水后, 用水稀释至 1 000 mL。

3.2.11 硫代硫酸钠溶液, 5 g/L。1 L 中含 10 g 无水亚硫酸钠, 用时配制。

3.2.12 硝酸钼溶液, 30 g/L。称取 30 g 硝酸钼 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$, 溶解于 100 mL 硝酸(1.42 g/L)中, 待完全溶解后, 加入 900 mL 水、4 g 尿素, 混匀。

3.2.13 钼酸铵溶液, 33 g/L。称取 33 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, 置于 400 mL 烧杯中, 加入