



中华人民共和国国家标准

GB/T 4701.7—2009
代替 GB/T 4701.7—1985

钛铁 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法

Ferrotitanium—Determination of phosphorus content—
Molybdobismuthylphosphoric blue spectrophotometric method
and the molybdenum blue spectrophotometric method

2009-07-08 发布

2010-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本部分代替 GB/T 4701.7—1985《钛铁化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量》。

本部分与 GB/T 4701.7—1985 比较,主要变化为:

——新增了钼磷钼蓝分光光度法;

——在方法 2 钼蓝分光光度法中吸光度测定时将“随同试料空白为参比”改为“以水为参比”。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

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、张映霞、史本兵。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4701.7—1985。

钛铁 磷含量的测定

铋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

本部分规定了用铋磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法测定钛铁中的磷含量。

本部分适用于钛铁中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.150%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分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的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 铋磷钼蓝分光光度法

3.1 原理

试料用硝酸、氢氟酸分解,硫酸和高氯酸冒烟氧化磷,以氢氧化钠使铁、钛等生成沉淀与磷分离。滤液用硫酸酸化后,在硫酸介质中,用硫代硫酸钠还原高价砷,磷与硝酸铋、钼酸铵形成磷铋钼三元配位物,用抗坏血酸还原后磷形成铋磷钼蓝,于分光光度计上 700 nm 波长处测量其吸光度,在校准曲线上查得磷的质量,计算得出试样中磷的含量。

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 硝酸,ρ1.42 g/mL。

3.2.2 氢氟酸,ρ1.15 g/mL。

3.2.3 高氯酸,ρ1.67 g/mL。

3.2.4 硫酸,ρ1.84 g/mL。

3.2.5 硫酸,1+5。

3.2.6 硫酸,1+7。

3.2.7 氢氧化钠溶液,200 g/L。贮存于塑料瓶中。

3.2.8 硫代硫酸钠溶液,10 g/L。1 L 中含 20 g 无水亚硫酸钠,用时配制。

3.2.9 硝酸铋溶液,30 g/L。称取 15 g 硝酸铋[Bi(NO₃)₃·5H₂O],置于 600 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(1.42 g/mL)中,待完全溶解后,加入 2 g 尿素,450 mL 水,混匀。

3.2.10 钼酸铵溶液,35 g/L。称取 3.5 g 钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O],置于 200 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,温热溶解,混匀。过滤后使用。

3.2.11 抗坏血酸溶液,10 g/L。称取抗坏血酸 5 g,置于 600 mL 烧杯中,加入 500 mL 乙醇(1+1),混匀。用时配制。

3.2.12 硫酸铁铵溶液,90 g/L。称取 45 g 硫酸铁铵(NH₄Fe(SO₄)₂·12H₂O)置于 600 mL 烧杯中,加入 85 mL 水,加入 15 mL 硫酸(3.2.5),溶解完全后,加入 400 mL 水,混匀。