



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

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

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

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

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。

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

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 的本部分规定了用铋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,铋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,磷与硝酸铋、钼酸铵形成三元配合物,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。

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 硝酸铋溶液,30 g/L。称取 30 g 硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$,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