



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5686.4—2022

代替 GB/T 5686.4—2008

## 锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 磷含量的测定 钼蓝分光光度法和 铋磷钼蓝分光光度法

Ferromanganese, ferromanganese-silicon, nitrogen-bearing  
ferromanganese and manganese metal—Determination of phosphorus  
content—Molybdenum blue spectrophotometric method and bismuth  
phosphomolybdate blue spectrophotometric method

2022-10-12 发布

2023-02-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 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 GB/T 5686 的第 4 部分。GB/T 5686 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 锰含量的测定 电位滴定法、硝酸铵氧化滴定法及高氯酸氧化滴定法；
- 第 2 部分：锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 硅含量的测定 钼蓝光度法、氟硅酸钾滴定法和高氯酸重量法；
- 第 4 部分：锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 磷含量的测定 钼蓝分光光度法和铋磷钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 碳含量的测定 红外线吸收法、气体容量法、重量法和库仑法；
- 第 7 部分：锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法。

本文件代替 GB/T 5686.4—2008《锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 磷含量的测定 钼蓝光度法和碱量滴定法》，与 GB/T 5686.4—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围(见第 1 章,2008 年版的第 1 章)；
- b) 更改了钼蓝分光光度法挥砷的操作(见 4.5.4.1.2.3,2008 年版的 3.5.3.1.2.3)；
- c) 删除了原方法二：碱量滴定法(见 2008 年版的第 4 章)；
- d) 增加了方法二：铋磷钼蓝分光光度法(见第 5 章)。

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。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本文件起草单位：四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司、湘西自治州丰达合金科技有限公司、安徽长江钢铁股份有限公司、吉铁铁合金有限责任公司、河北津西国际贸易有限公司、中信锦州金属股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：方艳、刘惠丽、唐华应、王国宁、陈荣、杨家冬、李京霖、吕雪梅、刘冰、王敏、叶小爽、吴银军、卢春生、张晨。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1985 年首次发布为 GB/T 5686.4—1985；
- 1998 年第一次修订时，并入了 GB 5686.3—1988《锰硅合金化学分析方法中和滴定法测定磷量》的内容；
- 2008 年第二次修订时，并入了 GB/T 7730.3—1997《锰铁化学分析方法 磷量的测定》、GB/T 8654.5—1988《金属锰化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》的内容(GB/T 7730.3—1997 代替的文件及历次版本发布情况为：GB/T 7730.3—1987《锰铁及高炉锰铁化学分析方法 碱量滴定法测定磷量》、GB/T 7730.4—1987《锰铁及高炉锰铁化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量》)；
- 本次为第三次修订。

## 引 言

由于锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰等锰系铁合金检测过程中涉及到的检测元素较多,元素的适用范围以及适用方法各不相同。为了保证锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰检测标准的方便及准确,针对锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰不同元素的分析方法,已经建立了支撑锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰检测的国家标准体系。GB/T 5686 锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰系列分析方法是我国锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰检测的基础标准,由以下五个部分构成。

- 第1部分:锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 锰含量的测定 电位滴定法、硝酸铵氧化滴定法及高氯酸氧化滴定法。目的在于测量锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中的锰含量,采用电位滴定法、硝酸铵氧化滴定法和高氯酸氧化滴定法。
- 第2部分:锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 硅含量的测定 钼蓝光度法、氟硅酸钾滴定法和高氯酸重量法。目的在于测量锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中的硅含量,采用钼蓝光度法、氟硅酸钾滴定法和高氯酸重量法。
- 第4部分:锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 磷含量的测定 钼蓝分光光度法和铋磷钼蓝分光光度法。目的在于测量锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中的磷含量,采用钼蓝分光光度法和铋磷钼蓝分光光度法。
- 第5部分:锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 碳含量的测定 红外线吸收法、气体容量法、重量法和库仑法。目的在于测量锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中的碳含量,采用红外线吸收法、气体容量法、重量法和库仑法。
- 第7部分:锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法。目的在于测量锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中的硫含量,采用红外线吸收法和燃烧中和滴定法。

# 锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 磷含量的测定 钼蓝分光光度法和 铋磷钼蓝分光光度法

**警示**——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件描述了采用钼蓝分光光度法和铋磷钼蓝分光光度法测定锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中的磷含量的方法。

本文件适用于锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.003 0%~0.650%。方法一:钼蓝分光光度法,适用于锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中磷含量的测定,测定范围(质量分数):0.003 0%~0.450%;方法二:铋磷钼蓝分光光度法,适用于锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰中磷含量的测定,测定范围(质量分数):0.003 0%~0.650%。

## 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 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管
- GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 方法一 钼蓝分光光度法

### 4.1 原理

试料用硝酸、氢氟酸分解,加高氯酸蒸发至冒烟,使磷氧化成正磷酸。加亚硫酸氢钠使铁等被还原,加入钼酸铵及硫酸胂,生成磷钼蓝,于分光光度计波长 825 nm 处测量其吸光度,计算磷的质量分数。

### 4.2 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,试验用水为符合 GB/T 6682 规定的三级及三级以上的蒸馏水、去离子水或纯度与其相当的水。