



中华人民共和国国家标准

GB/T 5686.4—2008

代替 GB/T 5686.4—1998、GB/T 7730.3—1997、GB/T 8654.5—1988

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

Ferromanganese, ferromanganese-silicon, nitrogen-bearing ferromanganese and manganese metal—Determination of phosphorus content—Molybdenum blue photometric method and alkali content titrimetric method

2008-05-13 发布

2008-11-01 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

本部分是对 GB/T 5686.4—1998《锰硅合金化学分析方法 磷钼蓝分光光度法测定磷量》、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》的整合修订。

本部分代替 GB/T 7730.3—1997、GB/T 5686.4—1998 和 GB/T 8654.5—1988。

本部分与 GB/T 5686.4—1998、GB/T 7730.3—1997、GB/T 8654.5—1988 比较,其主要变化如下:

- 方法适用范围修改为锰铁、锰硅、氮化锰铁、金属锰和电解金属锰;
- 金属锰称样量修改为“1.000 0 g”;
- 统一采用聚四氟乙烯烧杯或铂金皿溶解(锰铁、锰硅、氮化锰铁)试样;
- 统一了锰铁、锰硅合金、氮化锰铁试样分解的操作;
- 对锰硅合金新增二次挥硅这一步骤;
- 统一了锰铁、锰硅合金、氮化锰铁、金属锰和电解锰试样还原、显色、比色操作。

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:江西新余钢铁有限责任公司。

本部分主要起草人:王长青、张绍华、张玉滨、杜春萍、陈贤红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5686.4—1998;
- GB/T 7730.3—1997;
- GB/T 8654.5—1988。

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

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作实践经验。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

本部分规定了用钼蓝分光光度法和碱量滴定法测定锰铁、硅锰合金、氮化锰铁、金属锰和电解锰中磷的含量。

本部分适用于锰铁、硅锰合金、氮化锰铁、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、金属锰中硅含量的测定,测定范围(质量分数):0.003 0%~0.450%,方法二:碱量法,适用于锰铁合金的测定,测定范围(质量分数):0.080%~0.650%。

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:钼蓝分光光度法

3.1 方法提要

试料用硝酸分解,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,加入钼酸铵及硫酸肼,生成磷钼蓝,于分光光度计波长 825 nm 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 硝酸, ρ 1.42 g/L。

3.2.2 盐酸, ρ 1.19 g/mL。

3.2.3 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。

3.2.4 氢溴酸, ρ 1.38 g/mL。

3.2.5 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。

3.2.6 亚硫酸氢钠溶液,100 g/L。

3.2.7 钼酸铵溶液。称取 20 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于 1 000 mL 温水中,加入 700 mL 硫酸(1+1),冷却,用水稀释至 1 000 mL 混匀。

3.2.8 硫酸肼溶液。称取 1.5 g 硫酸肼溶解于水中,用水稀释至 1 000 mL 混匀。

3.2.9 显色剂溶液。使用时移取 25 mL 钼酸铵(3.2.7)、10 mL 硫酸肼溶液(3.2.8)和 65 mL 水,混匀。

3.2.10 磷标准溶液。称取 0.439 4 g 预先在 105℃ 烘至恒量并保存于干燥器中的磷酸二氢钾(基准试剂)溶解于水中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 磷。

3.2.11 磷标准溶液。移取 50.00 mL 磷标准溶液(3.2.10)置于 250 mL 瓶中,用水稀释至刻度,混匀。