

ICS 77.100
CCS H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 7731.4—2021

代替 GB/T 7731.4—1987

钨铁 磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法

Ferrotungsten—Determination of phosphorus content—Phosphorus
molybdenum blue spectrophotometric method

2021-08-20 发布

2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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 7731 的第 4 部分。GB/T 7731 现行发布以下部分：

- 钨铁 钨含量的测定 辛可宁重量法和硝酸铵重量法；
- 钨铁 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 钨铁 铜含量的测定 双环己酮草酰二脲光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 钨铁 磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法；
- 钨铁 硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法；
- 钨铁 砷含量的测定 钼蓝光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 钨铁 锡含量的测定 苯基荧光酮光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 钨铁 锑含量的测定 罗丹明 B 光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 钨铁 铋含量的测定 碘化铋光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 钨铁 碳含量的测定 红外线吸收法；
- 钨铁 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法；
- 钨铁 铅含量的测定 极谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件代替 GB/T 7731.4—1987《钨铁化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》，与 GB/T 7731.4—1987 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了测定范围，由“ $<0.06\%$ ”改为“ $0.010\% \sim 0.080\%$ ”（见第 1 章，1987 年版的第 1 章）；
- b) 增加“硫酸(1+1)”（见 5.6），“酒石酸钾钠溶液”（见 5.13）；
- c) 修改了氢氧化铵溶液加入量及现象，由“加入氢氧化铵使溶液呈棕红色并过量 20 mL”改为“加入氢氧化铵至溶液出现白色沉淀并过量 30 mL”（见 7.3.3，1987 年版的 4.3.1）；
- d) 修改了试液显色过程中加入的试剂，增加了“酒石酸钾钠溶液”（见 7.3.5，1987 年版的 4.3.2）；
- e) 增加了实验室内允许差（见第 9 章，1987 年版的第 6 章）；
- f) 增加了“试验结果验收流程图”（见附录 A）。

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：吉铁铁合金有限责任公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、赣州江钨钨合金有限公司、青岛博信达科技有限公司、河北津西国际贸易有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：聂淑兰、刘冰、郑海东、张晓红、王书亮、王芳、钟映兰、凌细平、李京霖、黎福萍、韩雪松、郭秀婷、张倩。

本文件于 1987 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

由于钨铁检测过程中涉及的检测元素较多,元素的适用范围以及适用方法各不相同。为了保证钨铁检测标准的方便及准确,我们针对钨铁不同元素的分析方法,已经建立了支撑钨铁检测的国家标准体系。GB/T 7731 钨铁系列分析方法是我国钨铁检测的基础标准,拟由以下十四个部分构成。但有些部分已经废止,在使用过程中需要注意。

- GB/T 7731.1 钨铁 钨含量的测定 辛可宁重量法和硝酸铵重量法。目的在于测量钨铁中的钨含量,采用辛可宁重量法和硝酸铵重量法。
- GB/T 7731.2 钨铁 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法和火焰原子吸收光谱法。目的在于测量钨铁中的锰含量,采用高碘酸盐分光光度法和火焰原子吸收光谱法。
- GB/T 7731.3 钨铁 铜含量的测定 双环己酮草酰二胺光度法和火焰原子吸收光谱法。目的在于测量钨铁中的铜含量,采用双环己酮草酰二胺光度法和火焰原子吸收光谱法。
- GB/T 7731.4 钨铁 磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法。目的在于测量钨铁中的磷含量,采用磷钼蓝分光光度法。
- GB/T 7731.5 钨铁 硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法。目的在于测量钨铁中的硅含量,采用硅钼蓝分光光度法。
- GB/T 7731.6 钨铁 砷含量的测定 钼蓝光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于测量钨铁中的砷含量,采用钼蓝光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。
- GB/T 7731.7 钨铁 锡含量的测定 苯基荧光酮光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于测量钨铁中的锡含量,采用苯基荧光酮光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。
- GB/T 7731.8 钨铁 铈含量的测定 罗丹明 B 光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于测量钨铁中的铈含量,采用罗丹明 B 光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。
- GB/T 7731.9 钨铁 铋含量的测定 碘化铋光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于测量钨铁中的铋含量,采用碘化铋光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。
- GB/T 7731.10 钨铁 碳含量的测定 红外线吸收法。目的在于测量钨铁中的碳含量,采用红外线吸收法。
- GB/T 7731.11 钨铁化学分析方法 库仑法测定碳量。目的在于测量钨铁中的碳含量,采用库仑法。该部分已经废止。
- GB/T 7731.12 钨铁 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法。目的在于测量钨铁中的硫含量,采用红外线吸收法和燃烧中和滴定法。
- GB/T 7731.13 钨铁化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量。目的在于测量钨铁中的硫含量,采用燃烧中和滴定法。该部分已经废止。
- GB/T 7731.14 钨铁 铅含量的测定 极谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于测量钨铁中的铅含量,采用极谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。

钨铁 磷含量的测定 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

本文件规定了磷钼蓝分光光度法测定钨铁中的磷含量。

本文件适用于钨铁中磷含量的测定,测定范围(质量分数):0.010%~0.080%。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料以硝酸和氢氟酸分解,高氯酸处理冒白烟,以水溶解可溶性盐类,乙二胺四乙酸二钠掩蔽铁,加入硫酸铍,在氨性溶液中使磷生成磷酸铵铍与氢氧化铍共沉淀,分离后以盐酸溶解沉淀物,用高氯酸处理,以亚硫酸氢钠还原铁,以酒石酸钾钠掩蔽钨,加入钼酸铵和硫酸胍反应生成磷钼蓝,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。

5 试剂

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.1 水,GB/T 6682,三级。

5.2 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL。

5.3 氢氟酸, $\rho=1.15$ g/mL。

5.4 高氯酸, $\rho=1.67$ g/mL。

5.5 氢氧化铵, $\rho=0.90$ g/mL。

5.6 硫酸(1+1)。

5.7 硝酸(1+1)。

5.8 盐酸(1+3)。