



中华人民共和国国家标准

GB/T 4702.3—2016
代替 GB/T 4702.3—1984

金属铬 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法

Chromium metal—The determination of phosphorus content—
Bismuth phosphate molybdenum blue spectrophotometric method

2016-08-29 发布

2017-07-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金 属 铬 磷 含 量 的 测 定
钼 磷 钼 蓝 分 光 光 度 法
GB/T 4702.3—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2016年10月第一版

*

书号: 155066·1-55123

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 4702 分为 16 个部分：

- 第 1 部分：金属铬 铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法
- 第 2 部分：金属铬 硅含量的测定 高氯酸重量法
- 第 3 部分：金属铬 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法
- 第 4 部分：金属铬 铁含量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法和火焰原子吸收光谱法
- 第 5 部分：金属铬 铝含量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法和火焰原子吸收光谱法
- 第 6 部分：金属铬 铁、铝、硅和铜含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 第 7 部分：金属铬 氮含量的测定 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法
- 第 8 部分：金属铬化学分析方法 蒸馏-钼蓝分光光度法测定砷量
- 第 9 部分：金属铬化学分析方法 结晶紫分光光度法测定铋量
- 第 10 部分：金属铬化学分析方法 铜试剂分光光度法测定铜量
- 第 11 部分：金属铬化学分析方法 茜素紫分光光度法测定锡量
- 第 12 部分：金属铬 氧、氮、氢含量的测定 惰性气体熔融红外吸收法和热导法
- 第 13 部分：金属铬化学分析方法 示波极谱法测定铅量
- 第 14 部分：金属铬化学分析方法 红外线吸收法测定碳量
- 第 15 部分：金属铬 铅、锡、铋、锑、砷含量的测定 等离子体质谱法
- 第 16 部分：金属铬 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法

本部分为 GB/T 4702 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4702.3—1984《金属铬化学分析方法 钼蓝光度测定磷量》。

本部分与 GB/T 4702.3—1984 比较，主要技术变化如下：

- 将标准名称改为《金属铬 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法》；
- 增加了“警告”用语；
- 增加了“规范性引用文件”和“试验报告”部分；
- 试料量由根据磷含量的不同分别称样，改为称取试料 0.500 g，精确至 0.000 1 g；
- 测定波长由 825 nm 改为 700 nm；
- 以亚硫酸钠代替亚硫酸氢钠还原试液；
- 采用钼酸铵和硝酸铋混合液为显色试液；
- 以抗坏血酸代替硫酸脲进行还原；
- 显色温度由沸水浴改为 20 ℃~30 ℃显色；
- 将允许差由三个水平改为四个水平。

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(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位：中信锦州金属股份有限公司、江苏省(沙钢)钢铁研究院、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：金爱娣、孙小飞、顾锋、李亚光、周强、陈自斌、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4702.3—1984。

金属铬 磷含量的测定

钼磷钼蓝分光光度法

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 4702 的本部分规定了钼磷钼蓝分光光度法测定磷含量。

本部分适用于金属铬中磷含量的测定,测定范围(质量分数):0.002%~0.040%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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料的采取和制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单刻线容量瓶

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 单刻线吸量管

3 原理

试料用高氯酸溶解,加热至冒高氯酸烟,使磷氧化成正磷酸,用盐酸和氯化钠除铬。在硫酸介质中,磷与钼及钼酸铵生成黄色钼磷钼杂多酸,用抗坏血酸将其还原为钼磷钼蓝杂多酸,于分光光度计测其吸光度。

4 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认的分析纯试剂,所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 二级水的规定。

4.1 氯化钠,固体。

4.2 高氯酸, $\rho=1.70$ g/mL。

4.3 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL

4.4 氨水, $\rho=0.90$ g/mL。

4.5 硫酸,1+1。

4.6 抗坏血酸,20 g/L,用时配制。

4.7 亚硫酸钠,5 g/L。

4.8 钼酸铵溶液,24 g/L。