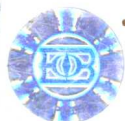


冶金工业信息标准研究院标准化研究所 中国标准出版社第二编辑室 编

钢铁及铁合金化学分析 方法标准汇编 下

(第2版)



中国标准出版社

钢铁及铁合金化学分析方法

标准汇编

下

(第2版)

冶金工业信息标准研究院标准化研究所 编
中国标准出版社第二编辑室

中国标准出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

钢铁及铁合金化学分析方法标准汇编, 下/冶金工业
信息标准研究院标准化研究所等编. —2 版. —北京: 中
国标准出版社, 2002

ISBN 7-5066-2887-2

I. 钢… II. 冶… III. ①铁合金(炼钢原料)-
化学分析-分析方法-标准-汇编-中国②钢-金属材
料-化学分析-分析方法-标准-汇编-中国③铁-金
属材料-化学分析-分析方法-标准-汇编-中国

IV. TG14-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2002) 第 058911 号

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

电话: 68523946, 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 26¼ 字数 802 千字

2002 年 10 月第二版 2002 年 10 月第一次印刷

*

印数 1—2 500 定价 76.00 元

网址 www.bzcbs.com

*

科目 618—393

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 68533533

第2版前言

钢铁工业是国民经济的基础工业,它对国民经济其他行业的发展起着十分重要的作用。改革开放以来,钢铁工业的迅速发展大大促进了钢铁工业标准化工作,而钢铁工业标准化的前进又进一步推动了钢铁工业的发展,两者互为因果,相互促进。

为了深入贯彻落实《中华人民共和国标准化法》,加强钢铁工业标准化工作,提高钢铁产品质量,并满足广大钢铁企业和其他行业对钢铁标准的迫切要求,冶金工业信息标准研究院标准化研究所和中国标准出版社在1997年出版的冶金工业标准系列汇编的基础上,重新组织编辑了一套冶金工业系列标准汇编。

这套冶金工业标准汇编汇集了由国家标准和行业标准主管部门批准发布的现行国家标准和行业标准,将陆续出版发行。

各分册内容如下:

钢铁产品分类、牌号、技术条件、包装、尺寸及允许偏差标准汇编(第2版);

钢坯、型钢、铁道用钢及相关标准汇编;

钢板、钢带及相关标准汇编;

钢管、铸铁管及相关标准汇编;

钢丝、钢丝绳及相关标准汇编;

生铁、铁合金及其他钢铁产品标准汇编(第2版);

特殊合金标准汇编(第2版);

钢铁及铁合金化学分析方法标准汇编(上、下)(第2版);

焦化产品及其试验方法标准汇编(第2版);

炭素制品及其试验方法标准汇编(第2版);

矿产品原料及其试验方法标准汇编(第2版);

金属材料物理试验方法标准汇编(上、下)(第2版);

金属材料无损检测方法标准汇编(第2版);

耐火材料标准汇编(上、下)(第2版);

冶金机电设备与制造通用技术条件标准汇编(上、下)(第2版)。

本分册为《钢铁及铁合金化学分析方法标准汇编》(第2版),分上、下两册出版。本分册除保留第1版仍有效的标准外,还增收了1997年5月至2002年6月底以前由国家标准和行业标准主管部门批准发布的标准25项。本书为《钢铁及铁合金化学分析方法标准汇编 上》(第2版),共收入标准80项,其中国家标准80项,行

业标准0项,新增和修订的标准7项。主要内容为钢铁产品分析方法。为了方便读者了解现行标准与被代替标准情况,书后附有现行与被代替标准对照表。

本汇编收集的标准的属性已在本书目录上标明,年号用四位数字表示。鉴于部分标准是在标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些标准时,其属性以本书目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者查对)。

鉴于本书收录的标准发布年代不尽相同,汇编时对标准中所用计量单位、符号、格式等未做改动。

本汇编可供冶金、建筑、建材、机械、石化等行业的科技人员、工程设计人员、质量检验人员使用,也可供采购、管理、国际贸易、对外交流人员参考。

编 者

2002年7月

目 录

钢铁产品分析方法

GB/T 223.3—1988	钢铁及合金化学分析方法	二安替比林甲烷磷钼酸重量法测定磷量	3
GB/T 223.4—1988	钢铁及合金化学分析方法	硝酸铵氧化容量法测定锰量	7
GB/T 223.5—1997	钢铁及合金化学分析方法	还原型硅钼酸盐光度法测定酸溶硅含量	12
GB/T 223.6—1994	钢铁及合金化学分析方法	中和滴定法测定硼量	18
GB/T 223.7—1981	合金及铁粉中铁量的测定		22
GB/T 223.8—2000	钢铁及合金化学分析方法	氟化钠分离-EDTA 滴定法测定铝含量	27
GB/T 223.9—2000	钢铁及合金化学分析方法	铬天青S 光度法测定铝含量	33
GB/T 223.10—2000	钢铁及合金化学分析方法	铜铁试剂分离-铬天青S 光度法测定铝含量	39
GB/T 223.11—1991	钢铁及合金化学分析方法	过硫酸铵氧化容量法测定铬量	45
GB/T 223.12—1991	钢铁及合金化学分析方法	碳酸钠分离-二苯碳酰二肼光度法测定铬量	52
GB/T 223.13—2000	钢铁及合金化学分析方法	硫酸亚铁铵滴定法测定钒含量	56
GB/T 223.14—2000	钢铁及合金化学分析方法	钼试剂萃取光度法测定钒含量	61
GB/T 223.15—1982	钢铁及合金化学分析方法	重量法测定钛	66
GB/T 223.16—1991	钢铁及合金化学分析方法	变色酸光度法测定钛量	71
GB/T 223.17—1989	钢铁及合金化学分析方法	二安替比林甲烷光度法测定钛量	75
GB/T 223.18—1994	钢铁及合金化学分析方法	硫代硫酸钠分离-碘量法测定铜量	78
GB/T 223.19—1989	钢铁及合金化学分析方法	新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法测定铜量	82
GB/T 223.20—1994	钢铁及合金化学分析方法	电位滴定测定钴量	85
GB/T 223.21—1994	钢铁及合金化学分析方法	5-Cl-PADAB 分光光度法测定钴量	89
GB/T 223.22—1994	钢铁及合金化学分析方法	亚硝基R 盐分光光度法测定钴量	94
GB/T 223.23—1994	钢铁及合金化学分析方法	丁二酮肟分光光度法测定镍量	99
GB/T 223.24—1994	钢铁及合金化学分析方法	萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定镍量	104
GB/T 223.25—1994	钢铁及合金化学分析方法	丁二酮肟重量法测定镍量	109
GB/T 223.26—1989	钢铁及合金化学分析方法	硫氰酸盐直接光度法测定钼量	114
GB/T 223.27—1994	钢铁及合金化学分析方法	硫氰酸盐-乙酸丁酯萃取分光光度法测定钼量	118
GB/T 223.28—1989	钢铁及合金化学分析方法	α -安息香肟重量法测定钼量	123
GB/T 223.29—1984	钢铁及合金化学分析方法	载体沉淀-二甲酚橙光度法测定铅量	129
GB/T 223.30—1994	钢铁及合金化学分析方法	对-溴苦杏仁酸沉淀分离-偶氮胂Ⅲ 分光光度法测定铅量	132
GB/T 223.31—1994	钢铁及合金化学分析方法	蒸馏分离-钼蓝分光光度法测定砷量	136
GB/T 223.32—1994	钢铁及合金化学分析方法	次磷酸钠还原-碘量法测定砷量	140
GB/T 223.33—1994	钢铁及合金化学分析方法	萃取分离-偶氮氯膦mA 光度法测定铈量	145
GB/T 223.34—2000	钢铁及合金化学分析方法	铁粉中盐酸不溶物的测定	150
GB/T 223.35—1985	钢铁及合金化学分析方法	脉冲加热惰气熔融库仑滴定法测定氧量	153
GB/T 223.36—1994	钢铁及合金化学分析方法	蒸馏分离-中和滴定法测定氮量	157

GB/T 223.37—1989	钢铁及合金化学分析方法	蒸馏分离-靛酚蓝光度法测定氮量	162
GB/T 223.38—1985	钢铁及合金化学分析方法	离子交换分离-重量法测定铈量	167
GB/T 223.39—1994	钢铁及合金化学分析方法	氯磺酚S光度法测定铈量	170
GB/T 223.40—1985	钢铁及合金化学分析方法	离子交换分离-氯磺酚S光度法测定铈量	173
GB/T 223.41—1985	钢铁及合金化学分析方法	离子交换分离-连苯三酚光度法测定钼量	177
GB/T 223.42—1985	钢铁及合金化学分析方法	离子交换分离-溴邻苯三酚红光度法测定 钼量	181
GB/T 223.43—1994	钢铁及合金化学分析方法	钨量的测定	185
GB/T 223.45—1994	钢铁及合金化学分析方法	铜试剂分离-二甲苯胺蓝Ⅱ光度法测定镁量 ..	193
GB/T 223.46—1989	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定镁量	197
GB/T 223.47—1994	钢铁及合金化学分析方法	载体沉淀-钼蓝光度法测定铈量	201
GB/T 223.48—1985	钢铁及合金化学分析方法	半二甲酚橙光度法测定铋量	206
GB/T 223.49—1994	钢铁及合金化学分析方法	萃取分离-偶氮氯膦mA分光光度法测定稀土 总量	210
GB/T 223.50—1994	钢铁及合金化学分析方法	苯基荧光酮-溴化十六烷基三甲基胺直接光度 法测定锡量	214
GB/T 223.51—1987	钢铁及合金化学分析方法	5-Br-PADAP光度法测定锌量	218
GB/T 223.52—1987	钢铁及合金化学分析方法	盐酸羟胺-碘量法测定硒量	222
GB/T 223.53—1987	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定铜量	225
GB/T 223.54—1987	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定镍量	228
GB/T 223.55—1987	钢铁及合金化学分析方法	示波极谱(直接)法测定碲量	231
GB/T 223.56—1987	钢铁及合金化学分析方法	巯基棉分离-示波极谱法测定碲量	234
GB/T 223.57—1987	钢铁及合金化学分析方法	萃取分离-吸附催化极谱法测定镉量	238
GB/T 223.58—1987	钢铁及合金化学分析方法	亚砷酸钠-亚硝酸钠滴定法测定锰量	241
GB/T 223.59—1987	钢铁及合金化学分析方法	铈磷钼蓝光度法测定磷量	246
GB/T 223.60—1997	钢铁及合金化学分析方法	高氯酸脱水重量法测定硅含量	251
GB/T 223.61—1988	钢铁及合金化学分析方法	磷钼酸铵容量法测定磷量	257
GB/T 223.62—1988	钢铁及合金化学分析方法	乙酸丁酯萃取光度法测定磷量	262
GB/T 223.63—1988	钢铁及合金化学分析方法	高碘酸钠(钾)光度法测定锰量	267
GB/T 223.64—1988	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定锰量	271
GB/T 223.65—1988	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定钴量	274
GB/T 223.66—1989	钢铁及合金化学分析方法	硫氰酸盐-盐酸氯丙嗪-三氯甲烷萃取光度法测 定钨量	277
GB/T 223.67—1989	钢铁及合金化学分析方法	还原蒸馏-次甲基蓝光度法测定硫量	282
GB/T 223.68—1997	钢铁及合金化学分析方法	管式炉内燃烧后碘酸钾滴定法测定硫含量	287
GB/T 223.69—1997	钢铁及合金化学分析方法	管式炉内燃烧后气体容量法测定碳含量	295
GB/T 223.70—1989	钢铁及合金化学分析方法	邻菲罗啉分光光度法测定铁量	331
GB/T 223.71—1997	钢铁及合金化学分析方法	管式炉内燃烧后重量法测定碳含量	335
GB/T 223.72—1991	钢铁及合金化学分析方法	氧化铝色层分离-硫酸钡重量法测定硫量	344
GB/T 223.73—1991	钢铁及合金化学分析方法	三氯化钛-重铬酸钾容量法测定铁量	348
GB/T 223.74—1997	钢铁及合金化学分析方法	非化合碳含量的测定	353
GB/T 223.75—1991	钢铁及合金化学分析方法	甲醇蒸馏-姜黄素光度法测定硼量	356
GB/T 223.76—1994	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定钒量	361
GB/T 223.77—1994	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定钙量	364

GB/T 223.78—2000	钢铁及合金化学分析方法 姜黄素直接光度法测定硼含量	367
GB/T 4336—1984	碳素钢和中低合金钢的光电发射光谱分析方法	379
GB/T 11170—1989	不锈钢的光电发射光谱分析方法	389
GB/T 11261—1989	高碳铬轴承钢化学分析法 脉冲加热情气熔融红外线吸收法测定氧量	395
GB/T 14203—1993	钢铁及合金光电发射光谱 分析法通则	398
附录	现行标准与被代替标准对照表	409

钢铁产品分析方法

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 二安替比林甲烷磷钼酸重量法测定磷量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The dianitipryl methane phosphomolybdate gravimetric method
for the determination of phosphorus content

UDC 669.14/.15
:543.06

GB 223.3—88

代替 GB 223.3—81
方法一

本标准适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金中磷量的测定。测定范围：0.01%~0.80%。
本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

磷在 0.24~0.60 mol/l 盐酸溶液中，加入二安替比林甲烷、钼酸钠混合沉淀剂，生成二安替比林甲烷磷钼酸沉淀 $[(C_{12}H_{14}N_2O_2)_3H_2P(Mo_2O_7)_4]_2$ 。当溶液中共存 360 mg 镍、175 mg 锰、80 mg 铝、50 mg 钴、30 mg 钒、20 mg 铁、5 mg 锆、3 mg 铈不干扰测定。硅大于 80 μ g 用氢氟酸处理。铁、铬、钒在 EDTA 存在下用硫酸铍作载体，氢氧化铵沉淀分离后不干扰测定；含钨试样以草酸络合钨，用上述方法氢氧化铵两次分离；铈、钪的干扰用铜铁试剂分离；砷、锡用氢溴酸挥发。

2 试剂

- 2.1 草酸：固体。
- 2.2 硫酸铵：固体。
- 2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)：固体。
- 2.4 高氯酸(ρ 1.67 g/ml)。
- 2.5 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。
- 2.6 盐酸(ρ 1.19 g/ml)。
- 2.7 盐酸(1+1)。
- 2.8 盐酸(4+96)。
- 2.9 盐酸(0.5+100)。
- 2.10 盐酸-硝酸混合酸：三份盐酸(2.6)和一份硝酸(2.5)混合。
- 2.11 盐酸-氢溴酸混合酸：二份盐酸(2.6)和一份氢溴酸(ρ 1.49 g/ml)混合。
- 2.12 氢氟酸(1+2)。
- 2.13 硫酸(1+1)。
- 2.14 氢氧化铵(ρ 0.90 g/ml)。
- 2.15 氢氧化铵(5+95)。
- 2.16 过氧化氢(1+1)。
- 2.17 硫酸铍($BeSO_4 \cdot 4H_2O$)溶液(2%)：称取 10 g 试剂用适量水溶解，加入 10 ml 硫酸(2.13)，用水稀释至 500 ml 混匀。
- 2.18 铜铁试剂溶液(6%)。
- 2.19 混合沉淀剂：42 ml 5%钼酸钠溶液、41 ml 盐酸(2.6)、17 ml 5%二安替比林甲烷盐酸(4+96)

中华人民共和国冶金工业部 1988-01-18 批准

1989-02-01 实施

溶液,使用时现混合。

2.20 混合溶剂:100 ml 丙酮、100 ml 水及 5 ml 氢氧化铵(2.14)混匀,用时现配。

3 分析步骤

3.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

含量范围, %		0.01~0.02	0.02~0.1	0.1~0.5	0.5 以上
试样量, g		1.000 0	0.500 0	0.200 0	0.100 0
加高氯酸(2.4), ml		15	12	10	8
加 EDTA (2.3)量, g	镍基	2	1	0.5	0.5
	铁基	8	4	2	2

3.2 空白试验

随同试样做空白试验。

3.3 测定

3.3.1 将试样(3.1)置于烧杯中,加 10 ml 盐酸-硝酸混合酸(2.10),加热溶解(不易溶解试样可补加盐酸或硝酸助溶)。按表 1 加高氯酸(试样中含锰超过 2%加 20 ml),加热蒸发至刚冒高氯酸烟,取下稍冷,加入 2 ml 氢氟酸(2.12),再蒸发至刚冒烟,稍冷,加入 10 ml 盐酸-氢溴酸混合酸(2.11),继续蒸发至冒白烟驱砷,稍冷,再加入 5 ml 盐酸-氢溴酸混合酸(2.11),重复驱砷一次,继续加热蒸发冒白烟至烧杯内部透明,并维持 3~4 min(若试样中含锰超过 2%时,冒烟至烧杯内部透明,并维持 20~30 min),并蒸发至糖浆状。

3.3.2 冷却,加 30 ml 热水溶解盐类,按表 1 的规定加入 EDTA 及 10 ml 硫酸铍溶液(2.17),用氢氧化铵(2.14)调节至 pH 3~4,用水稀释至约 100 ml,煮沸并保持微沸 3~4 min,加入 10 ml 氢氧化铵(2.14),再煮沸 1 min,用流水冷却。

注:① 含钨试样在加 EDTA 前先加 2 g 草酸(2.1)。沉淀过滤洗净后,用盐酸(2.6)溶解,加 0.5 g EDTA(2.3)用氢氧化铵(2.14)再沉淀分离一次。

② 被测试液中含钛 5 mg 以下时,先滴加 2 ml 过氧化氢(2.16),再加入 10 ml 氢氧化铵(2.14)后,煮沸 1 min,稍冷,再缓缓加入 3 ml 过氧化氢(2.16),充分搅拌,室温放置 40 min 后,冷却。

3.3.3 用中速滤纸过滤,以氢氧化铵(2.15)洗净,用水洗 2 次。

3.3.4 沉淀用 8 ml 热盐酸(2.7)溶解于原烧杯中,用水洗净滤纸,并稀释至 100 ml。

3.3.5 如试样中含铌、钽、锆、钒及含 5 mg 以上钛时,将 3.3.3 洗净的沉淀及滤纸移入原烧杯中,加入 7 ml 硫酸(2.13)、2 ml 高氯酸(2.4)、2 g 硫酸铵(2.2)、10 ml 硝酸(2.5),蒸发至冒硫酸烟驱尽高氯酸,冷却,用少量水洗表皿及杯壁,加入 3 ml 氢氟酸(2.12)、络合铌、钽等,用水稀释至约 100 ml,冷却至约 15℃,滴加铜铁试剂溶液(2.18)至沉淀完全并过量 2 ml,放置 50~60 min,过滤,用盐酸(2.8)洗净,滤液和洗液合并,加入 15 ml 硝酸(2.5)蒸发至冒硫酸烟,用水洗表皿及杯壁,重复冒烟,冷却,加入 2 g 草酸(2.1),用水溶解盐类并稀释至约 80 ml,用氢氧化铵(2.14)中和至 pH3~4,煮沸 1 min,加入 10 ml 氢氧化铵(2.14)煮沸,冷却,以下按 3.3.3 至 3.3.4 款进行。

3.3.6 将 3.3.4 或 3.3.5 溶液加热至 40~100℃,加入 10 ml 混合沉淀剂(2.19)(如被测试液中含磷超过 300 μg 时,加入 15 ml 混合沉淀剂,超过 400 μg 时,加入 20 ml 混合沉淀剂,补加 20 ml 水),搅匀,在 40~60℃处放置 30 min 以上,用 G5 玻璃坩埚式过滤器过滤,沉淀全部移入坩埚中,用盐酸(2.9)

洗涤坩埚及沉淀 10~15 次,水洗 2 次,于 110~115℃ 烘干,置于干燥器中冷却,称量,并反复烘干至恒量。用 20 ml 混合溶剂(2.20)分 2 次溶解沉淀,用水洗 6~8 次,再烘干,置于干燥器中冷却,称量,并反复烘干至恒量。

4 分析结果的计算

按下式计算磷的百分含量:

$$P(\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.01023}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 —— 沉淀加坩埚质量, g;

m_2 —— 坩埚加残渣质量, g;

m_3 —— 随同试样所做空白沉淀加坩埚质量, g;

m_4 —— 随同试样所做空白坩埚加残渣质量, g;

m_0 —— 试样量, g;

0.01023 —— 二安替比林甲烷磷钼酸换算成磷的换算系数。

5 精密度

本标准中所列精密度是指在 1987 年由十个试验室对六个均匀分布在本方法测定范围内相同的均匀试样,按本方法分析步骤,共同进行试验后,汇总数据,遵照 GB 6379—86《测试方法的精密度——通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性》进行统计计算得出的重复性 r 及再现性 R (见表 2)。

表 2

水平, % (m/m)	重复性 r	再现性 R
0.01~0.80	$r = 0.001475 + 0.02574 m$	$\lg R = -1.5755 + 0.5238 \lg m$

重复性是用本方法在正常和正确操作情况下,由同一操作人员,在同一实验室内,使用同一仪器,并在短期内,对相同试样所作两个单次测试结果,在 95% 概率水平两个独立测试结果的最大差值。

再现性是用本方法在正常和正确操作情况下,由两名操作人员,在不同实验室内,对相同试样各作单次测试结果,在 95% 概率水平两个独立测试结果的最大差值。

如果两个独立测试结果之间差值超过了相应的重复性和再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附 录 A
精密度试验原始数据
(补充件)

水平 试验室	1	2	3	4	5	6
1	0.016 5	0.041 0	0.097 2	0.146	0.384	0.792
	0.016 7	0.042 0	0.100 0	0.146	0.382	0.794
	0.016 9	0.042 0	0.098 3	0.147	0.381	0.791
2	0.013 3	0.041 9	0.096 6	0.134	0.371	0.799
	0.014 5	0.041 9	0.099 7	0.147	0.379	0.771
	0.015 4	0.040 3	0.097 2	0.141	0.382	0.786
3	0.014 7	0.044 2	0.101	0.142	0.381	0.780
	0.013 7	0.041 9	0.107	0.144	0.379	0.784
	0.013 3	0.040 5	0.101	0.142	0.379	0.786
4	0.014 1	0.040 1	0.104	0.145	0.383	0.792
	0.014 0	0.040 3	0.105	0.147	0.384	0.794
	0.014 2	0.040 3	0.104	0.145	0.383	0.793
5	0.013 9	0.039 3	0.102	0.147	0.383	0.776
	0.013 9	0.040 1	0.102	0.140	0.384	0.778
	0.013 8	0.041 1	0.100	0.141	0.384	0.776
6	0.013 9	0.040 4	0.103	0.147	0.380	0.789
	0.013 9	0.041 1	0.103	0.147	0.382	0.784
	0.013 9	0.039 6	0.103	0.147	0.380	0.788
7	0.016 2	0.041 5	0.106	0.145	0.375	0.773
	0.016 2	0.043 0	0.104	0.149	0.377	0.779
	0.016 3	0.041 7	0.109	0.149	0.374	0.777
8	0.014 2	0.042 6	0.102	0.139	0.380	0.807
	0.013 8	0.043 6	0.101	0.145	0.382	0.799
	0.013 1	0.043 8	0.104	0.144	0.379	0.780
9	0.015 5	0.040 1	0.105	0.148	0.376	0.777
	0.015 1	0.039 9	0.099 2	0.146	0.375	0.780
	0.015 5	0.039 7	0.099 7	0.149	0.374	0.776
10	0.014 7	—	0.096 7	0.138	0.381	0.785
	0.015 1	—	0.095 1	0.135	0.378	0.782
	0.015 7	—	0.094 4	0.137	0.379	0.788

附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人曹宏耀。

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 硝酸铵氧化容量法测定锰量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The volumetric method for determination of
manganese content by ammonium nitrate oxidation

UDC 669.14/.15
543.06

GB 223.4—88

代替 GB 223.4—81
方法二

本标准适用于碳钢、合金钢、高温合金及精密合金中锰量的测定。测定范围：2.00%~30.00%。
本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样经酸溶解后，在磷酸微冒烟的状态下，用硝酸铵将锰定量氧化至三价，以 N-苯代邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定。钒、铈有干扰必须予以校正。

2 试剂

2.1 硝酸铵：固体。

2.2 尿素：固体。

2.3 磷酸(ρ 1.69 g/ml)。

2.4 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。

2.5 盐酸(ρ 1.19 g/ml)。

2.6 硫酸(1+3)。

2.7 硫酸(5+95)。

2.8 尿素溶液(5%)。

2.9 亚硝酸钠溶液(1%)。

2.10 亚砷酸钠溶液(2%)。

2.11 高锰酸钾溶液(0.16%)。

2.12 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(0.2%)：称取 0.2 g N-苯代邻氨基苯甲酸及 0.2 g 碳酸钠于水中，加热溶解，用水稀释至 100 ml，过滤后使用。

2.13 重铬酸钾标准溶液， $C(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7) = 0.015 \text{ mol/l}$ ：称取 0.735 5 g 基准重铬酸钾（预先经 140~150℃ 烘干 1 h，置于干燥器中冷却至室温），溶于水后移入 1 000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.14 硫酸亚铁铵标准溶液， $C[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O] \approx 0.015 \text{ mol/l}$ 。

2.14.1 配制

称取 5.88 g 硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ ，用硫酸(2.7)溶解并稀释至 1 000 ml，混匀。

2.14.2 标定

移取 20.00 ml 重铬酸钾标准溶液(2.13)三份，分别置于 250 ml 锥形瓶中，加入 20 ml 硫酸(2.6)、5 ml 磷酸(2.3)、用硫酸亚铁铵标准溶液(2.14)滴定，接近终点时加 2 滴 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液

(2.12),继续滴定溶液至紫红色消失为终点,三份溶液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液毫升数的极差值不超过0.05 ml,取其平均值。

2.14.3 N-苯代邻氨基苯甲酸指示剂校正

移取5.00 ml 重铬酸钾标准溶液(2.13)三份,分别置于250 ml 锥形瓶中,加20 ml 硫酸(2.6)、5 ml 磷酸(2.3)、然后用硫酸亚铁铵标准溶液(2.14)滴定,接近终点时,加2滴N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(2.12)继续滴定至终点,记下毫升数。在此溶液中,再加5.00 ml 重铬酸钾标准溶液(2.13),再用硫酸亚铁铵标准溶液(2.14)滴定至终点,记下毫升数。两者之差的三份溶液的平均值为2滴N-苯代邻氨基苯甲酸溶液的校正值。

2.14.4 计算

将滴定重铬酸钾标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积进行校正后再进行计算。

硫酸亚铁铵标准溶液的浓度按下式计算:

$$C = \frac{0.015 \times 20.00}{V_1}$$

式中: C ——硫酸亚铁铵标准溶液物质的量浓度, mol/l;

V_1 ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液经校正后的平均体积, ml。

3 分析步骤

3.1 试样量

称取0.100 0~0.500 0 g 试样(锰量不小于10 mg)。

3.2 测定

3.2.1 不含钒、铈试样

3.2.1.1 将试样(3.1)置于300 ml 锥形瓶中,加入15 ml 磷酸(2.3)〔高合金钢、精密合金等可先用15 ml 适宜比例的盐酸(2.5)-硝酸(2.4)混合酸溶解〕,加热至完全溶解后,滴加硝酸(2.4)破坏碳化物。

3.2.1.2 继续加热,蒸发至液面平静刚出现微烟〔温度控制在200~240℃,以液面平静出现微烟(约220℃)时最佳〕取下,立即加2 g 硝酸铵(2.1),摇动锥形瓶并排除氮氧化物〔氮化物必须除尽,可以吹去或加0.5~1.0 g 尿素(2.2),摇匀〕,放置1~2 min。

3.2.1.3 待温度降至80~100℃时,加60 ml 硫酸(2.7),摇匀,冷至室温,用硫酸亚铁铵标准溶液(2.14)进行滴定,接近终点时,加2滴N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(2.12),继续滴定至紫红色消失即为终点。

注: 滴定试液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积进行指示剂校正后,按公式计算锰的百分含量。

3.2.2 含钒、铈试样

3.2.2.1 按3.2.1.1~3.2.1.3进行,记下滴定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液(2.14)的毫升数。此毫升数为锰、钒、铈含量。

3.2.2.2 将滴定锰、钒、铈含量之溶液加热蒸发冒硫酸烟2 min,取下稍冷,加60 ml 硫酸(2.7),流水冷却至室温,滴加高锰酸钾溶液(2.11)至出现稳定的淡红色并保持2~3 min,加10 ml 尿素溶液(2.8),在不断摇动下,滴加亚硝酸钠溶液(2.9)至红色消失并过量1~2滴,加10 ml 亚砷酸钠溶液(2.10),再加1~2滴亚硝酸钠溶液(2.9),放置5 min,加2滴N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(2.12),用硫酸亚铁铵标准溶液(2.14)滴定至终点。滴定所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积从上述锰、钒、铈含量的体积中减去,然后按公式计算锰的百分含量。

注: 钒、铈也可按理论值予以校正,1%钒相当于1.08%锰,0.1%铈相当于0.04%锰。

4 分析结果的计算

锰的百分含量按下式计算:

$$\text{Mn}(\%) = \frac{C \times V \times 0.05494}{m_0} \times 100$$

式中: C ——硫酸亚铁铵标准溶液的物质的量浓度, mol/l;

V ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液经校正后的体积, ml;

m_0 ——称样量, g;

0.05494 —— 1.00 ml 1.000 mol/l 硫酸亚铁铵标准溶液相当于锰的摩尔质量, g/mol。

5 精密度

本标准中所列精密度是指在 1987 年由十个试验室对八个均匀分布在本方法测定范围内相同的均匀试样, 按本方法分析步骤, 共同进行实验后, 汇总数据, 遵照 GB 6379—86《测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性》进行统计分析得出的重复性 r 及再现性 R (见下表)。

水平, % (m/m)	重复性 r	再现性 R
2.00~28.00	$\lg r = -1.7772 + 0.6512 \lg m$	$\lg R = -1.3966 + 0.5612 \lg m$

重复性是用本方法在正常和正确操作情况下, 由同一操作人员, 在同一试验室内, 使用同一仪器, 并在短期内, 对相同试样所作两个单次测试结果, 在 95% 概率水平两个独立测试结果的最大差值。

再现性是用本方法在正常和正确操作情况下, 由两名操作人员, 在不同实验室内, 对相同试样各作单次测试结果, 在 95% 概率水平两个独立测试结果的最大差值。

如果两个独立测试结果之间差值超过了相应的重复性和再现性数值, 则认为这两个结果是可疑的。