



中华人民共和国国家标准

GB/T 20567—2006

钒氮合金

Vanadium—Nitrogen



2006-11-01 发布

2007-02-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钒 氮 合 金

GB/T 20567—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.bzcbbs.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 2 字数 48 千字

2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

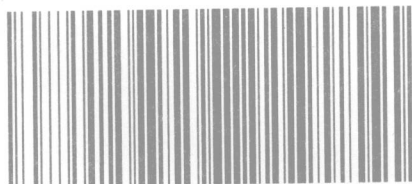
*

书号:155066·1-28795 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 20567—2006

前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 为规范性附录。

本标准的附录 F、附录 G 和附录 H 为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位：攀枝花钢铁(集团)公司、攀枝花新钢钒股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：颜启光、孙朝晖、徐本平、刘武汉、何清志、张瑞香、郑小敏、钟华、成勇。

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 技术要求 1

4 试验方法 1

5 检验规则 2

6 包装、标志、储存、运输和质量证明书..... 2

附录 A(规范性附录) 硫酸亚铁铵滴定法测定钒氮合金中钒含量 3

附录 B(规范性附录) 热导池仪器法测定钒氮合金中氮含量 5

附录 C(规范性附录) 红外线吸收法测定钒氮合金中碳含量 8

附录 D(规范性附录) 铋磷钼蓝光度法测定钒氮合金中磷含量 11

附录 E(规范性附录) 红外线吸收法测定钒氮合金中硫含量 13

附录 F(资料性附录) 红外线吸收法测定钒氮合金中氧含量 16

附录 G(资料性附录) 蒸馏分离-酸碱中和滴定法测定钒氮合金中氮含量 19

附录 H(资料性附录) ICP-AES 法测定钒氮合金中硅、锰、磷、铝含量 22

钒 氮 合 金

1 范围

本标准规定了钒氮合金的技术要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、储存、运输和质量证明书。
本标准适用于炼钢、铸造等使用的钒氮合金。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

- GB/T 3650 铁合金验收、包装、储运、标志和质量证明书的一般规定
- GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备(GB/T 4010—1994, neq ISO 4552:1987)
- GB/T 13247 铁合金产品粒度的取样和检测方法(GB/T 13247—1991, neq ISO 4551:1987)

3 技术要求

3.1 牌号和化学成分

钒氮合金按化学成分不同分为两个牌号，其化学成分应符合表 1 的规定。

表 1 牌号和化学成分

牌号	化学成分(质量分数)/%				
	V	N	C	P	S
VN12	77~81	10.0~<14.0	≤10.0	≤0.06	≤0.10
VN16		14.0~18.0	≤6.0		

注：经供需双方协商并在合同中注明，供方可提供氧、铝、硅、锰含量的检验结果。

3.2 密度

钒氮合金的表观密度应不小于 3.0 g/cm³。

3.3 粒度

钒氮合金的粒度应为 10 mm~40 mm，产品中小于 10 mm 粒级应不大于总量的 5%。
根据用户要求，经供需双方协商并在合同中注明，也可供应其他粒度要求的钒氮合金。

4 试验方法

4.1 取样和制样

每批随机在不少于 5 个包装桶内各抽取不小于 0.5 kg 并大致等量的份样，将全部份样合并为大样后缩分出所需试样；当每批批量少于 5 个包装桶时，应先在每个包装桶内各抽取一个份样，再随机在任意包装桶内取份样，补足 5 个份样，将全部份样合并为大样后缩分出所需试样。然后按 GB/T 4010 规定进行制备。

4.2 化学分析方法

- 4.2.1 钒含量的测定方法按附录 A 的规定。
- 4.2.2 氮含量的测定方法按附录 B 的规定或参照附录 G 的规定。
- 4.2.3 碳含量的测定方法按附录 C 的规定。

4.2.4 磷含量的测定方法按附录 D 的规定或参照附录 H 的规定。

4.2.5 硫含量的测定方法按附录 E 的规定。

4.2.6 氧含量的测定方法参照附录 F 的规定。

4.2.7 铝、硅、锰含量的测定方法参照附录 H 的规定。

4.3 表观密度的测定方法

4.3.1 取完整的钒氮合金成品 5 块,称其质量 $w(g)$ 。

4.3.2 将一定量的、粒度为 0.100 mm~0.125 mm 的分析纯三氧化二铝细粉装入体积为 500 mL 的量筒内振实,直到体积没有明显变化为止,记下其体积 $V_1(cm^3)$ 。

4.3.3 将上述三氧化二铝细粉倒出量筒,然后再把五块钒氮合金成品和这些三氧化二铝细粉一起装入量筒内,并确保钒氮合金成品全部埋入三氧化二铝细粉中。振实,直到体积没有明显变化为止,记下此时的体积 $V_2(cm^3)$ 。

4.3.4 按公式(1)计算钒氮合金的表观密度 $\rho(g/cm^3)$ 。

$$\rho(g/cm^3) = \frac{w}{V_2 - V_1} \dots\dots\dots(1)$$

4.4 粒度的测定方法按 GB/T 13247 的规定。

5 检验规则

5.1 钒氮合金的检查和验收由供方质量技术监督部门负责。

5.2 钒氮合金应按批检验和交货,每批由同牌号的产品组成,每批重量应不大于 1 000 kg。

5.3 检验结果不符合要求时,可取双样进行复验。复验结果如果仍然不符合要求,则判该批产品不合格。

6 包装、标志、储存、运输和质量证明书

6.1 钒氮合金的包装方法:以防潮袋包装,每袋净重 5 kg 或 10 kg;再把装袋后的钒氮合金装入包装桶内并封盖,每桶净重 50 kg 或 100 kg。根据合同规定也可采用其他包装方式。

6.2 钒氮合金的标志、储存、运输和质量证明书应符合 GB/T 3650 的规定。

附 录 A (规范性附录)

硫酸亚铁铵滴定法测定钒氮合金中钒含量

A.1 范围

本附录规定了硫酸亚铁铵滴定法测定钒含量的方法提要、试剂、试样、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本附录适用于钒氮合金中钒含量的测定。测定范围(质量分数): $\geq 60.00\%$ 。

A.2 方法提要

试样以硝酸分解,冒硫酸烟,在适当硫酸酸度下,用高锰酸钾将钒氧化至五价,在尿素存在下,以亚硝酸钠还原过量的高锰酸钾,以苯代邻氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定,借此测定钒量。

A.3 试剂

A.3.1 硝酸($\rho 1.42\text{ g/mL}$)。

A.3.2 硫酸(1+1)。

A.3.3 硫酸亚铁铵溶液(50 g/L):称取 5 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于 100 mL 硫酸(5+95)中,混匀。

A.3.4 磷酸(1+1)。

A.3.5 高锰酸钾(25 g/L):称取 2.5 g 试剂溶于水中稀至 100 mL。

A.3.6 尿素(100 g/L):称取 10 g 试剂溶于水中稀至 100 mL。

A.3.7 亚硝酸钠溶液(20 g/L):称取 2 g 试剂溶于水中稀至 100 mL。

A.3.8 苯代邻氨基苯甲酸溶液(2 g/L):称取 0.2 g 苯代邻氨基苯甲酸溶于碳酸钠溶液(0.2%)中并稀至 100 mL。

A.3.9 硫酸亚铁铵标准溶液(约 0.05 mol/L)。

A.3.9.1 配制

称取 19.70 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于适量硫酸(5+95)中,移入 1 000 mL 容量瓶,用硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。

A.3.9.2 标定

称取烘干的基准五氧化二钒 0.100 0 g 3 份分别于 500 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 氢氧化钠(200 g/L),低温加热溶解后,加入 50 mL 硫酸溶液(A.3.2),煮沸取下,加入 10 mL 磷酸溶液(A.3.4),煮沸 1 min,取下冷却,加硫酸亚铁铵溶液(A.3.3)5 mL,以下按 A.5.3 相同部分操作。随同标定做空白试验。3 份被滴定溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液体积的极差值不大于 0.10 mL 时,取其平均值,否则,应重新标定。按公式(A.1)计算硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度。

$$T_v = \frac{m_0 \times 0.5601}{V - V_0} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

T_v ——硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

m_0 ——称取五氧化二钒的质量,单位为克(g);

V ——被滴定溶液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定所做空白试验溶液时所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
0.560 1——五氧化二钒换算为钒的系数。

A.4 试样

试样应全部通过 0.125 mm 筛孔。

A.5 分析步骤

A.5.1 试样量

称取试样 0.1 g,精确至 0.000 1 g。

A.5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

A.5.3 测定

将试样(A.5.1)置于 500 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 水,加入 5 mL 硝酸(A.3.1),待试样溶解完全后,再加入 50 mL 硫酸(A.3.2),加热至冒硫酸烟 2 min~3 min,取下冷却,加入磷酸(A.3.4)10 mL,加水 50 mL 微热溶解盐类,煮沸 1 min,取下冷却至室温,加硫酸亚铁铵溶液(A.3.3)5 mL,放置 2 min,滴加高锰酸钾溶液(A.3.5)至稳定的紫红色,静置 5 min,加尿素溶液(A.3.6)10 mL,滴加亚硝酸钠溶液(A.3.7)至红色消失并过量 1~2 滴,放置约 3 min,加入 3~5 滴苯代邻氨基苯甲酸溶液(A.3.8),用硫酸亚铁铵标准溶液(A.3.9)滴定至溶液由紫红色变为亮绿色为终点。

A.6 分析结果的计算

按公式(A.2)计算钒的质量分数 $w(V)$:

$$w(V)(\%) = \frac{T_v \times (V_2 - V_3)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- V_2 ——滴定试液时所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——滴定随同试样空白所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- T_v ——硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);
- m ——试样量,单位为克(g)。

A.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于 0.40%。

附录 B

(规范性附录)

热导池仪器法测定钒氮合金中氮含量

B.1 范围

本附录规定了热导池仪器法测定氮含量的方法提要、试剂、试样、分析步骤、分析结果和允许差。
本附录适用于钒氮合金中氮含量的测定。测定范围(质量分数):5.00%~20.00%。

B.2 方法提要

试样于电极炉的石墨坩埚中加热熔化,氮气流将生成的氮气载至热导池检测器中,根据电流的变化可测得氮的含量。

B.3 试剂和材料

B.3.1 高氯酸镁:无水、粒状。

B.3.2 碱石棉:粒状。

B.3.3 玻璃棉。

B.3.4 镍囊($\phi 7\text{ mm}\times 10\text{ mm}$)和镍屑或短锡囊($\phi 5\text{ mm}\times 11\text{ mm}$)和镍篮($\phi 7\text{ mm}\times 12\text{ mm}$)。

B.3.5 石墨粉(光谱纯)。

B.3.6 稀土氧化铜。

B.3.7 氮气:纯度大于99.99%。

B.3.8 动力气源:氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于0.5%。

B.3.9 石墨坩埚:外套坩埚 $\phi 13\text{ mm}\times 20\text{ mm}$;内套坩埚 $\phi 10\text{ mm}\times 15\text{ mm}$ 。

B.3.10 坩埚钳。

B.4 仪器及设备

B.4.1 氧氮仪[空白小于0.000 05%;显示灵敏度为0.000 1%;精密度为0.000 2%;脉冲加热炉功率不小于6.6 kW(炉温不低于2 500℃)],其装置连接图如图B.1。

B.4.1.1 洗气瓶(3):内装碱石棉(B.3.2)。

B.4.1.2 干燥管(4、9):内装高氯酸镁(B.3.1)。

B.4.2 气源

B.4.2.1 载气系统包括氮气容器、两级压力调节器及保护提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

B.4.2.2 动力气源包括动力气(氮气或压缩空气)、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

B.4.3 高温电极炉

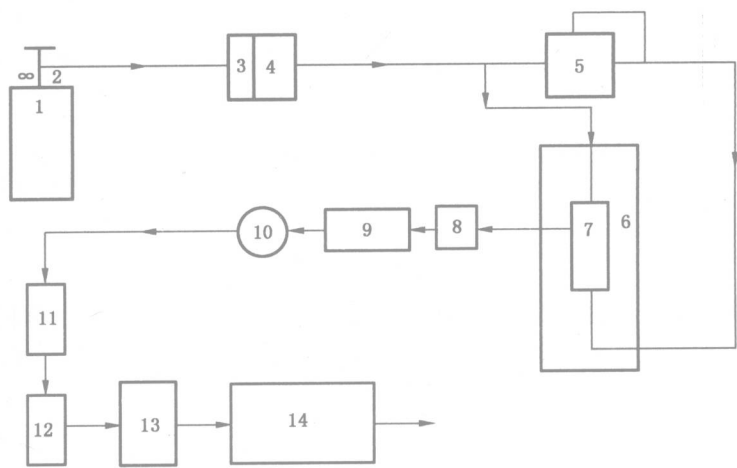
应满足试样熔融温度的要求。

B.4.4 控制系统

控制功能包括装卸坩埚和炉台升降、吸尘器清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。

B.4.5 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平(感量不大于0.1 mg)、红外线分析器及电子测量元件组成。



- 1——氮气瓶；
- 2——两级压力调节器；
- 3——洗气瓶；
- 4、9——干燥管；
- 5——压力调节器；
- 6——电极炉；
- 7——石墨坩埚；
- 8——除尘器；
- 10——流量控制器；
- 11——氧化铜炉—一氧化碳转化为二氧化碳的转化器；
- 12——二氧化碳红外检测器；
- 13——二氧化碳、水份吸收器；
- 14——热导池检测器。

图 B.1 氧氮仪装置连接图

B.5 试样

试样应全部通过 0.125 mm 筛孔。

B.6 分析步骤

B.6.1 试样量

称取试样 0.05 g,精确至 0.000 1 g。

B.6.2 分析准备

B.6.2.1 按仪器使用说明书调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态并进行气漏检查,一切正常后方可进行下一步操作。

B.6.2.2 选择设置最佳分析条件。

B.6.2.3 应用试样及助熔剂按 B.6.5 做 2 次试测,以确定仪器是否正常。

B.6.2.4 称取 0.020 g 含氮量为 30.00%~40.00% 左右的标准试样若干份,按 B.6.5 进行测定,其结果波动应在±1.0% 范围内,否则应按仪器要求调节仪器的灵敏度。

B.6.3 空白试验

在镍囊中加入约 0.2 g 镍屑(B.3.4)包好[或将短锡囊装入镍篮(B.3.4)中]备用;预先加入约 0.5 g 石墨粉(B.3.5)在石墨坩埚(B.3.9)备用。选择合适的参数及分析程序,按仪器说明书操作。重复测定 3 次,差值<0.000 05%,可计算平均值,并参考仪器说明书,将平均值作为空白输入到分析仪中,则仪

器在测定试样时会进行空白值的电子补偿。

B.6.4 校正试验

根据待测试样的含氮量,建立相应的分析曲线,并选择至少二个高氮标样(待测样品含氮量应落在所选二个标样含氮量的范围内;如果没有合适的标样,可用已知氮含量的试样替代)。依次进行漂移单点校正和检查,测得结果的波动应在允许差范围内,以确认系统的线性,否则应按仪器说明书调节系统的线性。

B.6.5 测定

将试样(B.6.1)装入镍囊(B.3.4)然后再在镍囊中加入约0.2 g 镍屑(B.3.4)[或将试样(B.6.1)装入短锡囊(B.3.4)内再将短锡囊装入镍篮(B.3.4)中],放入加料口,按照自动操作程序将预先加入约0.5 g 石墨粉(B.3.5)的石墨坩埚(B.3.9)置于坩埚座上,按仪器说明书操作,开始测定并读取结果。

B.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 B.1 所列的允许差。

表 B.1 允 许 差 质量分数, %

氮 量	允 许 差
5.00~10.00	0.25
>10.00~15.00	0.35
>15.00~20.00	0.45

附录 C

(规范性附录)

红外线吸收法测定钒氮合金中碳含量

C.1 范围

本附录规定了红外线吸收法测定碳含量的方法提要、试剂、试样、分析步骤、分析结果和允许差。
本附录适用于钒氮合金中碳含量的测定。测定范围(质量分数):4.00%~15.00%。

C.2 方法提要

试样于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,碳将生成二氧化碳,并由氧气流载至红外线分析器的测量室,二氧化碳将吸收特定波长的红外能,所吸收能量的大小与其浓度成正比,据此可测得碳的含量。

C.3 试剂和材料

- C.3.1 高氯酸镁:无水、粒状。
- C.3.2 碱石棉:粒状。
- C.3.3 玻璃棉。
- C.3.4 钨粒:碳量小于0.002%,粒度0.8 mm~1.4 mm。
- C.3.5 纯铁:碳量小于0.002%。
- C.3.6 氧气:纯度大于99.95%。
- C.3.7 动力气源:氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于0.5%。
- C.3.8 素质坩埚: $\phi 23\text{ mm} \times 23\text{ mm}$ 或 $\phi 25\text{ mm} \times 25\text{ mm}$,在高于1 200℃的高温加热炉中灼烧4 h或通氧灼烧至空白值为最低。
- C.3.9 坩埚钳。

C.4 仪器和设备

- C.4.1 红外吸收定碳仪(灵敏度为0.000 1%),其装置连接图如图C.1。
 - C.4.1.1 洗气瓶(3):内装碱石棉(C.3.2)。
 - C.4.1.2 干燥管(4、9):内装高氯酸镁(C.3.1)。
- C.4.2 气源
 - C.4.2.1 载气系统包括氧气容器、两级压力调节器及保护提供合适压力和额定流量的时序控制部分。
 - C.4.2.2 动力气源包括动力气(氮气或压缩空气)、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。
- C.4.3 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

C.4.4 控制系统

控制功能包括自动装卸坩埚和炉台升降、自动清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。

C.4.5 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平(感量不大于1.0 mg)、红外线分析器及电子测量元件组成。

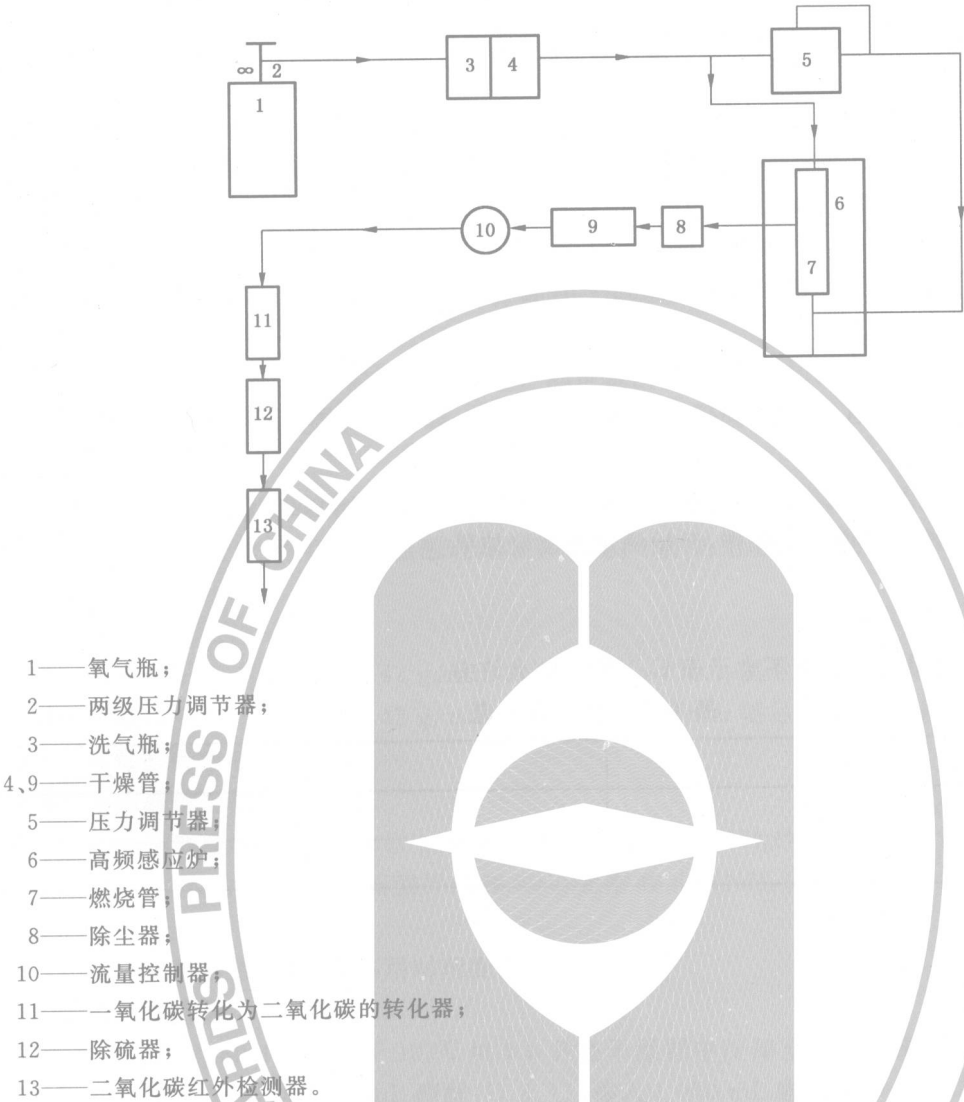


图 C.1 红外吸收定碳仪装置连接图

C.5 试样

试样应全部通过 0.125 mm 筛孔。

C.6 分析步骤

C.6.1 试样量

称取试样 0.15 g, 精确至 0.001 g。

C.6.2 空白试验

称取 $0.800\text{ g} \pm 0.005\text{ g}$ 纯铁(C.3.5)置于坩埚中(C.3.8), 于同一量程或通道, 按 C.6.5 进行测定。重复测定直到低而比较一致的读数。记录最小的三次读数, 计算平均值, 并参考仪器说明书, 将平均值输入到分析仪中, 则仪器在测定试样时会进行空白值的电子补偿。

C.6.3 分析准备

C.6.3.1 按仪器使用说明书调试检查仪器(主要进行气漏检查), 使仪器处于正常稳定状态。

C.6.3.2 选择设置最佳分析条件。

C.6.3.3 应用试样及助熔剂按 C.6.5 做 2 次试测, 以确定仪器是否正常。

C.6.3.4 称取 0.150 g±0.02 g 含碳量为 4.0% 左右的标准试样若干份,按 C.6.5 进行测定,其结果波动应在±0.15% 范围内,否则应按仪器要求调节仪器的灵敏度。

C.6.4 校正试验

C.6.4.1 根据待测试样的含碳量,选择相应的量程或通道,并选择 CaCO₃ (基准试剂)或生铁标样(待测样品含碳量应落在所选标准物质含碳量的范围内)。依次进行校正,测得结果的波动应在允许差范围内,以确认系统的线性,否则应按仪器说明书调节系统的线性。

C.6.4.2 不同量程或通道,应分别测其空白值并校正。

C.6.4.3 当分析条件变化时,如仪器尚未预热到 1 h,氧气源、坩埚或助熔剂的空白值已发生改变时,都要求重新测定空白并校正。

C.6.5 测定

按待测试样的含碳量范围,分别选择仪器的最佳分析条件:如仪器的燃烧积分时间、比较水准(或设定数)的设置等。

将试样(C.6.1)置于坩埚(C.3.8)内,覆盖 0.800 g 纯铁(C.3.5)和 1.500 g 钨粒(C.3.4),钳取坩埚放到炉台坩埚座上,按仪器说明书操作,开始测定并读取结果。

C.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 C.1 所列的允许差。

表 C.1 允 许 差 质量分数,%

碳 量	允 许 差
4.00~7.00	0.15
>7.00~15.00	0.25

附录 D

(规范性附录)

铋磷钼蓝光度法测定钒氮合金中磷含量

D.1 范围

本附录规定了铋磷钼蓝光度法测定磷含量的方法提要、试剂、试样分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本附录适用于钒氮合金中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.100%。

D.2 方法提要

试样以硝酸分解,用高锰酸钾将磷氧化为正磷酸。在 0.8 mol/L~1.2 mol/L 的硝酸介质中,磷与铋及钼酸铵生成络合物,继以抗坏血酸还原成磷钼蓝,于分光光度计上 660 nm 处,测定其吸光度。

D.3 试剂

D.3.1 硝酸(1+1):将硝酸(ρ 1.42 g/mL)煮沸 3 min~5 min 驱尽氮的氧化物后配制。

D.3.2 硝酸(1+2):将硝酸(ρ 1.42 g/mL)煮沸 3 min~5 min 驱尽氮的氧化物后配制。

D.3.3 高锰酸钾溶液(40 g/L)。

D.3.4 亚硝酸钠溶液(20 g/L)。

D.3.5 硝酸铋溶液(10 g/L):称取 10 g 硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ 溶于硝酸(1+2)中并稀释至 1 L。

D.3.6 磷显色液:称取 40 g 酒石酸钾钠和 50 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中,稀释至 1 000 mL。

D.3.7 抗坏血酸溶液(20 g/L):用时现配。

D.3.8 磷标准溶液。

D.3.8.1 称取 0.439 4 g 预先于 105℃烘 1 h 并在干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾基准试剂,置于 400 mL 水中,用水溶解,放入 2 mL 硝酸(D.3.1),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液的浓度为 100.0 $\mu\text{g/mL}$ 磷。

D.3.8.2 移取 10.00 mL 磷标准溶液(D.3.8.1),置于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液浓度为 2.0 $\mu\text{g/mL}$ 磷。

D.4 试样

试样应全部通过 0.125 mm 筛孔。

D.5 分析步骤

D.5.1 试样量

称取试样 0.4 g,精确至 0.000 1 g。

D.5.2 空白试验

随同试样做空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

D.5.3 测定

D.5.3.1 试样的分解

将试样(D.5.1)置于 300 mL 锥形瓶中,用水润湿,加 30 mL 硝酸(D.3.1),低温加热溶解,待样品分解完全,滴加高锰酸钾溶液(D.3.3)至呈现稳定的紫红色,煮沸 1 min~2 min,取下,滴加亚硝酸钠溶

液(D.3.4)至高锰酸钾的紫红色刚刚褪去,并过量两滴,继续煮沸 2 min,取下,冷却,转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

D.5.3.2 分液及处理

按表 D.1 分取试液 2 份,分别置于 50 mL 容量瓶中。按表 D.1 补加硝酸(D.3.1),用水冲洗瓶壁。

表 D.1 加 硝 酸 量

磷含量范围/%	分取试液量/mL	相当试样量/mg	补加硝酸量/mL
0.01~0.04	10	40	0
0.04~0.1	4	16	1.8

D.5.3.3 显色、测量

D.5.3.3.1 显色溶液:于一份试液(D.5.3.2)中加 5 mL 硝酸铋溶液(D.3.5),放置 1 min,加 5 mL 磷显色液(D.3.6),混匀,加入 5 mL 抗坏血酸溶液(D.3.7),用水稀释至刻度,混匀。

D.5.3.3.2 参比溶液:另一份试液(D.5.3.2)中加入 5 硝酸铋溶液(D.3.5),5 mL 抗坏血酸溶液(D.3.7),用水稀释至刻度,混匀。

D.5.3.3.3 室温下放置 20 min,将部分显色溶液移入 4 cm 比色皿中,于分光光度计波长 660 nm 处,以参比溶液为参比,测量其吸光度,减去随同试样所做空白试验的吸光度。从工作曲线上查出相应的磷量。

D.5.4 工作曲线的绘制

移取 0、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 磷标准溶液(D.3.8.2),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加 3 mL 硝酸(D.3.1),以下按 D.5.3.1 进行。室温下放置 20 min,将部分溶液移入 4 cm 比色皿中,于分光光度计波长 660 nm 处,以水为参比,测量其吸光度,减去试剂空白的吸光度,以磷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

D.6 分析结果的计算

按公式(D.1)计算磷的质量分数 $w(P)$:

$$w(P)(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

- m_1 ——从工作曲线上查得的磷量,单位为微克(μg);
- m ——试样量,单位为克(g);
- V ——试液定容体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

D.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 D.2 所列允许差。

表 D.2 允 许 差 质量分数, %

磷 量	允 许 差
0.010~0.040	0.006
>0.040~0.060	0.008
>0.060~0.100	0.010

附 录 E
(规范性附录)

红外线吸收法测定钒氮合金中硫含量

E.1 范围

本附录规定了红外线吸收法测定硫含量的方法提要、试剂、试样、分析步骤、分析结果和允许差。
本附录适用于钒氮合金中硫含量的测定。测定范围(质量分数):0.015%~0.120%。

E.2 方法提要

试样于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,硫将生成二氧化硫,并由氧气载至红外线分析器的测量室,二氧化硫将吸收某特定波长的红外能,所吸收能量的大小与其浓度成正比,据此可测得硫的含量。

E.3 试剂和材料

- E.3.1 高氯酸镁:无水,粒状。
- E.3.2 碱石棉:粒状。
- E.3.3 玻璃棉。
- E.3.4 钨粒:硫量小于0.000 2%,粒度0.8 mm~1.4 mm。
- E.3.5 纯铁:硫量小于0.002%。
- E.3.6 氧气:纯度大于99.95%。
- E.3.7 动力气源:氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于0.5%。
- E.3.8 素质坩埚:φ23 mm×23 mm或φ25 mm×25 mm,在高于1 200℃的高温加热炉中灼烧4 h或通氧灼烧至空白值为最低。
- E.3.9 坩埚钳。

E.4 仪器及设备

- E.4.1 红外吸收定硫仪(灵敏度为0.000 1%),其装置连接图如图E.1。
 - E.4.1.1 洗气瓶(3):内装碱石棉(E.3.2)。
 - E.4.1.2 干燥管(4、9):内装高氯酸镁(E.3.1)。
- E.4.2 气源
 - E.4.2.1 载气系统包括氧气容器、两级压力调节器及保护提供合适压力和额定流量的时序控制部分。
 - E.4.2.2 动力气源包括动力气(氮气或压缩空气)、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。
- E.4.3 高频感应炉
应满足试样熔融温度的要求。
- E.4.4 控制系统
 - E.4.4.1 微处理机系统包括中央处理机、存储器、键盘输入设备、信息中心显示屏、分析结果显示屏及分析结果打印机等。
 - E.4.4.2 控制功能包括自动装卸坩埚和炉台升降、自动清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。
- E.4.5 测量系统
主要由微处理机控制的电子天平(感量不大于1.0 mg)红外线分析器及电子测量元件组成。