



中华人民共和国国家标准

GB/T 4700.4—1998

硅钙合金化学分析方法 磷钼蓝分光光度法测定磷量

Methods for chemical analysis of calcium-silicon
—The phosphomolybdenum blue photometric method for
the determination of phosphorus content

1998-12-07 发布

1999-07-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准在技术内容上与 JIS G 1324—1989《硅钙合金化学分析方法》中第 6 章“磷钼蓝光度法测定磷量”等效。

本次修订删去了原 GB/T 4700.4—1984 中第 3 章 仪器,分光光度计。在分析步骤中作了一些修改:称样量由 0.500 0 g 改为 1.000 0 g;分取液的分取量由 250 mL 中取 25 mL 改为 100 mL 中取 10 mL;显色液由 25 mL 改为 20 mL;沸水中加热 15 min 改为 10 min。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 4700.4—1984《硅钙合金化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》。

本标准由原冶金工业部提出。

本标准由冶金部信息标准研究院归口。

本标准起草单位:北京首钢铁合金厂、冶金部信息标准研究院。

本标准主要起草人:陈园、李思茂、赵新连、詹昭香、陈自斌。

本标准于 1984 年 10 月首次发布。

中华人民共和国国家标准

硅钙合金化学分析方法 磷钼蓝分光光度法测定磷量

GB/T 4700.4—1998

代替 GB/T 4700.4—1984

Methods for chemical analysis of calcium-silicon
—The phosphomolybdenum blue photometric method for
the determination of phosphorus content

1 范围

本标准规定了用磷钼蓝分光光度法测定磷量。

本标准适用于硅钙合金中磷量的测定,测定范围:≤0.06%。

2 方法提要

试样以硝酸、氢氟酸溶解,高氯酸冒烟,使磷氧化为正磷酸,用亚硫酸氢钠还原铁,加入钼酸铵和硫酸肼,使之反应生成磷钼蓝,于分光光度计波长 825 nm 处,测量其吸光度。

3 试剂

3.1 硝酸(1+1)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.4 亚硫酸氢钠溶液(100 g/L)。

3.5 显色剂溶液

3.5.1 钼酸铵溶液:称取 20 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 加热溶解于 300 mL 水中,加入 650 mL 硫酸(1+1),冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

3.5.2 硫酸肼溶液:称取 1.5 g 硫酸肼,置于 200 mL 烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

3.5.3 使用时,取 25 mL 钼酸铵溶液(3.5.1)、10 mL 硫酸肼溶液(3.5.2)和 65 mL 水置于 150 mL 烧杯中,混匀。

3.6 磷标准溶液:称取 0.439 4 g 预先于 105~110℃干燥烘至恒量并在干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾(基准试剂),置于 200 mL 烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 磷。

4 试样

试样应通过 0.125 mm 筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取 1.000 0 g 试样。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于 100 mL 铂皿(或 200 mL 聚四氟乙烯烧杯)中,加入 20 mL 硝酸(3.1),逐滴加入 5 mL 氢氟酸(3.2)至试样全部溶解,当反应剧烈时,边用水冷却边溶解,加入 10 mL 高氯酸(3.3),加热至冒高氯酸烟 1 min 取下,用温水转移至 200 mL 烧杯中,盖上表皿,继续加热蒸发至冒高氯酸烟,并回流 1 min,放置冷却。

5.3.2 加入温水约 30 mL 溶解可溶性盐类。冲洗表皿,并将试液过滤到 100 mL 容量瓶中,用温水洗烧杯及沉淀 4~5 次,冷却后用水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 移取 10.00 mL 溶液(5.3.2)置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 亚硫酸氢钠溶液,再于沸水中加热 10 min,流水冷却至室温后,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.4 移取部分溶液(5.3.3)于适当吸收皿中,以随同试样的空白溶液为参比,于分光光度计波长 825 nm 处测量其吸光度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00 mL 磷标准溶液(3.6),分别置于一组 200 mL 烧杯中,加入 5 mL 高氯酸(3.3),盖上表皿,加热至冒高氯酸烟,取下冷却后,按 5.3.2 和 5.3.3 进行操作。

5.4.2 移取部分溶液(5.4.1)于适当比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 825 nm 处测量其吸光度,以磷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算磷的百分含量:

$$P(\%) = \frac{m_1}{m \cdot r} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线查得的磷量,g;

m ——试样量,g;

r ——试液分取比。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 规定的允许差。

表 1 允许差 %

磷 量	允 许 差
0.010~0.030	0.004
>0.030~0.060	0.006

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硅 钙 合 金 化 学 分 析 方 法
磷 钼 蓝 分 光 光 度 法 测 定 磷 量
GB/T 4700.4—1998

*

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:68522112
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
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字
1999 年 6 月第一版 1999 年 6 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-15904 定价 8.00 元

*

标 目 376—28



GB/T 4700.4—1998