



中华人民共和国国家标准

GB/T 5686.4—1998

锰硅合金化学分析方法 磷钼蓝分光光度法测定磷量

Methods for chemical analysis of silicomanganese
—The phosphomolybdenum blue photometric method for
the determination of phosphorus content

1998-12-14 发布

1999-08-14 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 1314—1987《锰硅合金分析方法》中第 6 章磷钼蓝分光光度法测定磷量等效。

本次修订将原国家标准测定范围的上限 0.400% 扩展到 0.450%，并补充了相应的条件试验。JIS G 1314—1987 在试样分解时没有除砷步骤，考虑到我国的实际情况，仍保留了原国家标准的除砷步骤。

自本标准实施之日起，代替 GB/T 5686.3—1988《锰硅合金化学分析方法 中和滴定法测定磷量》和 GB/T 5686.4—1985《锰硅合金化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量》。

本标准由国家冶金工业局提出。

本标准由国家冶金工业局信息标准研究院归口。

本标准起草单位：南京铁合金厂。

本标准主要起草人：张嘉年、蒋伟鑫。

本标准于 1985 年 12 月首次发布。

中华人民共和国国家标准

锰硅合金化学分析方法 磷钼蓝分光光度法测定磷量

GB/T 5686.4—1998

代替 GB/T 5686.3—1988
GB/T 5686.4—1985

Methods for chemical analysis of silicomanganese
—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。

本标准适用于锰硅合金中磷量的测定。测定范围： $\leq 0.450\%$ 。

2 方法提要

试样用硝酸和氢氟酸分解，加高氯酸蒸发至冒烟，将磷氧化成正磷酸，以亚硫酸氢钠将铁还原，加入钼酸铵及硫酸胂，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($\rho 1.42$ g/mL)。

3.2 盐酸($\rho 1.19$ g/mL)。

3.3 氢氟酸($\rho 1.15$ g/mL)。

3.4 高氯酸($\rho 1.67$ g/mL)。

3.5 氢溴酸($\rho 1.38$ g/mL)。

3.6 亚硫酸氢钠(100 g/L)。

3.7 显色剂溶液

3.7.1 钼酸铵溶液：称取 20 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 置于 1 000 mL 烧杯中，加 250 mL 水加热溶解，加 700 mL 硫酸(1+1)，冷却后，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

3.7.2 硫酸胂溶液：1.5 g/L。

3.7.3 使用时，取 25 mL 钼酸铵溶液(3.7.1)、10 mL 硫酸胂溶液(3.7.2)和 65 mL 水，置于 150 mL 烧杯中，混匀。

3.8 磷标准溶液：称取 0.439 4 g 预先在 105~110℃ 烘至恒量并在干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾(KH_2PO_4) (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

按表 1 称取试样量。

表 1

磷量, %	试样量, g
<0.150	0.500 0
≥0.150~0.450	0.200 0

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),把铂皿放在冷水浴中,逐滴加入 5 mL 氢氟酸(3.3)进行分解。

5.3.2 加入 10 mL 高氯酸(3.4),加热蒸发至冒烟约 5 min,驱除氢氟酸。冷却后,用温水洗移至 150 mL 烧杯中,盖上表皿。

5.3.3 继续加热蒸发至冒高氯酸烟,并回流约 15 min,除尽硝酸,冷却。若试液中含 5 mg 以上砷时,加入 5 mL 盐酸(3.2),加热使二氧化锰分解,继续加热蒸发至刚冒高氯酸烟,冷却。加入 5 mL 氢溴酸(3.5),取下表皿,低温加热蒸发,当高氯酸烟出现时,盖上表皿,继续加热蒸发至冒高氯酸烟,并回流约 10 min,使砷及溴化氢完全逸出,冷却。

5.3.4 加 30 mL 温水溶解盐类,滴加亚硫酸氢钠溶液(3.6),还原二氧化锰,用放有少量滤纸浆的中速滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中,用温水洗涤至无酸性,冷却,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.5 移取 250.0 mL 溶液(5.3.4)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 亚硫酸氢钠(3.6),在沸水浴中加热至溶液无色,立即加入 25 mL 显色剂溶液(3.7.3),再在沸水浴中加热 15 min,取下,流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.6 将部分溶液(5.3.5)移入适当的吸收皿中,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 工作曲线绘制

5.4.1 移取 0.100、3.00、5.00、7.00、9.00 mL 磷标准溶液(3.8),分别置于一组 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 高氯酸(3.4),加热至冒高氯酸烟,冷却。以下按 5.3.4~5.3.5 进行,以试剂空白为参比,按 5.3.6 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 ——从工作曲线上查得的磷量, 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 2 规定的允许差。

表 2

%

磷量	允许差
0.050~0.100	0.008
>0.100~0.150	0.010
>0.150~0.300	0.015
>0.300~0.450	0.020

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锰硅合金化学分析方法
磷钼蓝分光光度法测定磷量
GB/T 5686.4—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

*

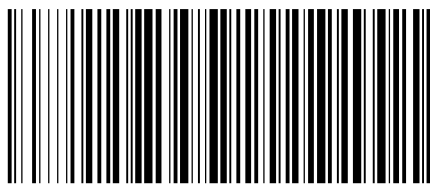
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1999 年 6 月第一版 1999 年 6 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-15823 定价 8.00 元

*

标 目 374—12



GB/T 5686.4—1998