



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。