

中华人民共和国国家标准

硅铁化学分析方法

钼磷钼蓝光度法测定磷量

UDC 669.15/782  
:543.42:546  
.18  
GB 4333.2—88

代替 GB 4333.2—84

Methods for chemical analysis of ferrosilicon  
The reduced molybdo-bismuthylphosphoric acid  
photometric method for the determination of phosphorus content

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了钼磷钼蓝分光光度法测定磷量。

本标准适用于硅铁中磷量的测定。测定范围:0.010%~0.060%。

## 2 方法提要

试样用硝酸、氢氟酸溶解,高氯酸冒烟,用硫代硫酸钠还原砷。在钼盐存在下,用抗坏血酸-乙醇溶液还原成钼磷钼蓝,于分光光度计波长690 nm处测量其吸光度。

## 3 试剂

3.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/L)。

3.2 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/L)。

3.3 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/L)。

3.4 高氯酸(1+3)。

3.5 钼酸铵溶液(40 g/L):称取4 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ,置于200 mL烧杯中,加入100 mL水,温热溶解,混匀。

3.6 硝酸钼溶液(10 g/L):称取1 g 硝酸钼,置于200 mL烧杯中,加入50 mL 硝酸(3.1),待完全溶解后,加入50 mL水,混匀。

3.7 硫代硫酸钠溶液(5 g/L):称取1 g 无水亚硫酸钠及0.5 g 硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ),置于同一烧杯中,加入少量水溶解,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.8 抗坏血酸-乙醇溶液(10 g/L):称取3 g 抗坏血酸,置于400 mL烧杯中,加入100 mL水溶解,加入200 mL乙醇,混匀。

3.9 磷标准溶液:

3.9.1 称取0.439 4 g 预先于105℃烘1 h并在干燥器中冷至室温的磷酸二氢钾基准试剂,置于400 mL烧杯中,用水溶解,加入2 mL 硝酸(3.1),移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100  $\mu\text{g}$  磷。

3.9.2 移取25.00 mL 磷标准溶液(3.9.1),置于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含5  $\mu\text{g}$  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0.300 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)置于铂皿或聚四氟乙烯烧杯中,加入15 mL 硝酸(3.1),边摇动边加入3~5 mL 氢氟酸(3.2),直至试样完全溶解,加入10 mL 高氯酸(3.3),在电热板上加热至冒白烟,并浓缩至体积约为3 mL,取下稍冷。

5.3.2 加入30 mL 热水,加热溶解盐类,用快速定量滤纸过滤于100 mL 容量瓶中,以热水洗涤杯壁和滤纸各4~5次,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。移取20.00 mL 溶液,置于100 mL 烧杯中。

5.3.3 加入5 mL 高氯酸(3.4),在低温电热板上蒸发至体积约为1 mL,取下稍冷,用水冲洗杯壁,控制溶液体积约为10 mL,加热溶解盐类。取下冷却,移入50 mL 容量瓶中。

5.3.4 加入1 mL 硫代硫酸钠溶液(3.7)、5 mL 硝酸铋溶液(3.6)、5 mL 钼酸铵溶液(3.5)、15 mL 抗坏血酸-乙醇溶液(3.8),每加完一种试剂须立即混匀。用水稀释至刻度,混匀。放置2 min(室温如低于15 ℃则放置10 min)。

5.3.5 将部分溶液移入2 cm 比色皿中,以随同试样所做的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长690 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的磷量。

### 5.4 工作曲线的绘制

移取0、1.00、2.00、4.00、5.00 mL 磷标准溶液(3.9.2),分别置于一组100 mL 烧杯中,用水稀释至20 mL,以下按5.3.3和5.3.4进行。

将部分溶液移入2 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长690 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:

$$P(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: $m_1$ ——从工作曲线上查得的磷量,g;

$V$ ——试液总体积,mL;

$V_1$ ——分取试液体积,mL;

$m$ ——试样量,g。

## 7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列的允许差。

GB 4333.2—88

		%
磷 量	允 许 差	
0.010~0.030	0.003	
>0.030~0.060	0.004	

附加说明：

本标准由冶金部攀枝花钢铁研究院起草。

本标准主要起草人马树屏。

本标准水平等级标记 GB 4333.2—88 I