



# 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( $\rho$ 1.15 g/mL)。

3.3 高氯酸( $\rho$ 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  $\mu\text{g}$  磷。

#### 4 试样

试样应通过 0.125 mm 筛孔。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试样量