

ICS 71.060.50
G 13
备案号:34609—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4208—2011

工业用三氯化磷 砷含量的测定 砷斑法

Phosphorus trichloride for industrial use-determination of
arsenic content-arsenic spot method

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2000 给出的规则进行起草。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利,本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会氯碱分会(SAC/TC63/SC6)归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院。

本标准主要起草人:胡立明、李富荣、齐玉林、谭琛。

工业用三氯化磷 砷含量的测定 砷斑法

1 范围

本标准规定了工业用三氯化磷中砷含量测定的方法。

本标准适用于工业用三氯化磷中砷含量大于或等于 0.000 1 % 的产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(mod GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987)

3 方法原理

在酸性介质中,用碘化钾和氯化亚锡将试料中的高价砷还原为三价砷,加锌粒与酸作用产生的新生态氢使三价砷进一步还原为砷化氢气体,通过乙酸铅棉花除去硫化氢干扰,再与溴化汞试纸生成橙黄色色斑,与标准砷斑比较作限量试验。

4 试剂和溶液

本方法所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水或相当纯度的水。

试验中所需标准溶液、制剂及制品在没有其他规定时,均按 GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.1 盐酸。

4.2 氨水。

4.3 碘化钾溶液:150 g/L。

4.4 氯化亚锡溶液:400 g/L。

4.5 砷标准溶液:0.1 mg/mL。

4.6 砷标准溶液:0.001 mg/mL。

吸取适量砷标准溶液(4.5),用水稀释 100 倍。该溶液使用前配制。

4.7 乙酸铅棉花。

4.8 溴化汞试纸。

4.9 锌粒(无砷)。

5 仪器和设备

一般的实验室仪器和定砷仪。

6 分析步骤

安全提示:本标准中使用的样品和部分试剂具有毒性或腐蚀性,样品水解操作具有较大危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

6.1 试样溶液制备

吸取约 6.3 mL 试样,置于已知质量的、干燥的称量瓶或安培球中,立即盖严或封严称量(精确至 0.01 g),然后连同称量瓶或安培球放入盛有 150 mL 水的 500 mL 烧杯中,摇动,待称量瓶的盖打开或安培球破碎,样品徐徐流出后,将烧杯放入 15 °C 左右冷水中冷却,并间断轻轻摇动烧杯,水解 30 min。水解后用氨水调节 pH 值为 4 左右(用精密 pH 试纸检验),加热煮沸 2 min。冷却至室温后移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

6.2 测定

按产品标准的规定,吸取一定量的试样溶液(6.1),置于定砷仪的锥形瓶中,加入 5 mL 盐酸、5 mL 碘化钾溶液和 1 mL 氯化亚锡溶液,加水约至 40 mL,混匀,在室温条件下,放置 10 min。加 2 g 锌粒,立即用已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管盖好,于暗处放置 1h。

标准色斑:按照产品标准移取定量砷标准溶液(4.6)与试样溶液同时操作。

试样溴化汞试纸所呈颜色不得深于标准色斑。

每次测定应同时制备标准色斑。

7 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 识别测试样品所需的全部信息;
 - b) 使用的标准;
 - c) 试验结果;
 - d) 与分析步骤的差异;
 - e) 试验中观察到的异常现象说明;
 - f) 试验日期。
-

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
工 业 用 三 氯 化 磷 磷 含 量 的 测 定 砷 斑 法
HG/T 4208 ---2011
出 版 发 行：化 学 工 业 出 版 社
(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
化 学 工 业 出 版 社 印 刷 厂
880mm×1230mm 1/16 印 张 1/4 字 数 4 千 字
2012 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷
书 号：155025 • 1216

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：10.00 元

版权所有 违者必究