

ICS 71.060.50  
G 13  
备案号:34613—2012

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4212—2011

---

### 工业用三氯氧磷 重金属含量的测定 目视比色法

Phosphorus oxychloride for industrial use-determination of  
heavy metal content-visual colorimetry

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、田友利、石阳秋。

# 工业用三氯氧磷 重金属含量的测定 目视比色法

## 1 范围

本标准规定了工业用三氯氧磷中重金属含量测定的方法。

本标准适用于工业用三氯氧磷中重金属含量大于或等于 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

在弱酸性(pH3~4)条件下,试料中的重金属离子与负二价硫离子生成棕黑色硫化物沉淀,重金属含量较低时,形成稳定的暗色悬浮溶液,用目视比色法测定。

## 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 氨水。

### 4.2 盐酸溶液:1+1。

### 4.3 乙酸盐缓冲溶液:pH≈3.5。

称取 25.0 g 乙酸铵,加 25 mL 水溶解,加 45 mL(1+1)盐酸溶液,再用盐酸溶液或氨水溶液调节 pH 值至 3.5,用水稀释至 100 mL。

### 4.4 饱和硫化氢溶液(临用时制备)。

### 4.5 硫化钠-丙三醇溶液。

称取 5 g 硫化钠,溶于 10 mL 水和 30 mL 丙三醇的混合液中,避光密封保存,有效期一个月。

### 4.6 铅标准溶液:0.1 mg/mL。

### 4.7 铅标准溶液:0.01 mg/mL。

吸取适量铅标准溶液(4.6),用水稀释 10 倍。该溶液使用前配制。

## 5 仪器和设备

一般的实验室仪器和比色管。

## 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 6.0 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 ℃ 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,稀释至刻度,摇匀。

## 6.2 测定

### 6.2.1 饱和硫化氢水溶液比色法

吸取 25.00 mL 的试样溶液(6.1)置于 50 mL 比色管中,加入 5.0 mL 乙酸盐缓冲溶液和 10 mL 饱和硫化氢溶液,稀释至刻度,混匀。在室温下,放置 5 min。与标准比色溶液比较,暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色液:按照产品标准移取规定量铅标准溶液(4.7)与试样溶液同时操作。

必要时,用分光光度计在 420 nm 处测定吸光度比色。

### 6.2.2 硫化钠-丙三醇溶液比色法

吸取 25.00 mL 的试样溶液(6.1)置于 50 mL 比色管中,加入 5.0 mL 乙酸盐缓冲溶液和 0.1 mL 硫化钠-丙三醇溶液,稀释至刻度,混匀。在室温条件下,放置 5 min。与标准比色溶液比较,暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色液:按照产品标准的指标要求移取规定量铅标准溶液(4.7)与试样溶液同时操作。

必要时,用分光光度计在 420 nm 处测定吸光度比色。

## 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) 与规定的分析步骤的差异;
  - 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  
工业用三氯氧磷 重金属含量的测定 目视比色法  
HG/T 4212-2011  
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14 字数4千字  
2012年3月北京第1版第1次印刷  
书号:155025·1237

---

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