

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4567—2016

### 工业黄磷中磷、砷的测定 能量色散 X 射线荧光光谱法

Determination of phosphorus and arsenic in yellow phosphorus for industrial—  
Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry

2016-08-23 发布

2017-03-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

工业黄磷中磷、砷的测定

能量色散 X 射线荧光光谱法

SN/T 4567—2016

\*

中国标准出版社出版

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

总编室:(010)68533533

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字

2017 年 11 月第一版 2017 年 11 月第一次印刷

印数 1—500

\*

书号: 155066 • 2-32373 定价 14.00 元

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国云南出入境检验检疫局、中华人民共和国西双版纳出入境检验检疫局、中华人民共和国普洱出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：梁文君、吕平、刘钧、梁馨予、陆颖、陈洁、梅春芬、范云、张禹红、段敏。

## 工业黄磷中磷、砷的测定 能量色散 X 射线荧光光谱法

**警示**——使用本标准的人员应有相应实验室工作的实践经验。工业黄磷为高度危险化学品,在空气中容易自燃,并释放有毒有害气体;黄磷自燃时极易灼伤皮肤,且损伤极其严重,不易康复;黄磷试样必须密封于水中保存,任何情况下,黄磷不能直接接触空气。

### 1 范围

本标准规定了采用能量色散 X 射线荧光光谱法测定工业黄磷中磷、砷含量的方法。

本标准适用于工业黄磷中磷、砷含量的测定,磷检测范围 99.50%~100.00%、砷检出限 0.001 0%。

### 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 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 7816 工业黄磷

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 方法提要

测定工业黄磷试样中磷、砷元素的特征能量色散 X 射线强度,将射线强度与预先制备好的工业黄磷标准样品的特征 X 射线强度进行对比,得到工业黄磷试样中的磷、砷含量。

### 4 仪器和材料

#### 4.1 能量色散 X 射线荧光光谱仪。

#### 4.2 工业黄磷标准样品,具有待测元素磷、砷含量标样值。

没有工业黄磷标准样品时,可使用工业黄磷质控样品,工业黄磷质控样品应具有待测元素磷、砷含量的准确测定值。

选择工业黄磷标准样品时,磷、砷标样值应覆盖待测黄磷样品中磷、砷含量范围。

### 5 分析步骤

#### 5.1 试样制备

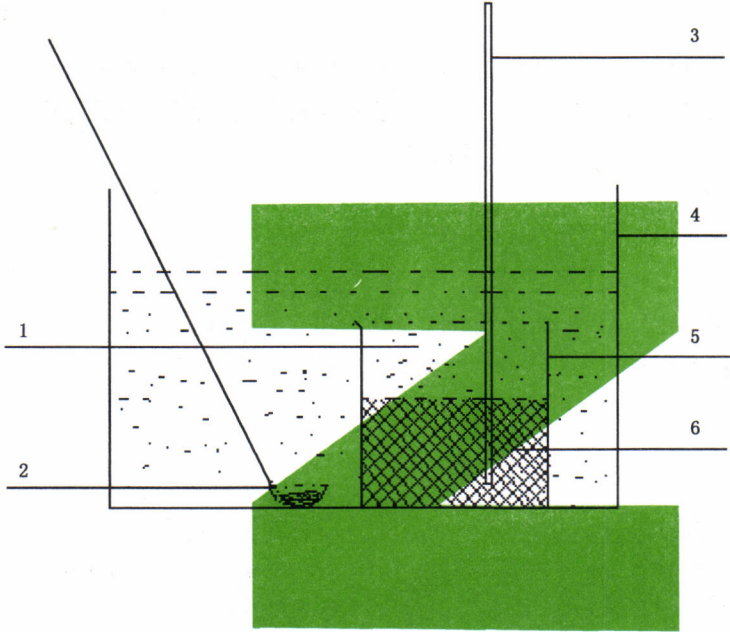
工业黄磷按照 GB/T 7816 分级,试样按照 GB/T 6679 抽取。固体黄磷在约 65 °C 热水(自来水加热)中液化、混匀(见图 1),用玻璃移液管从液态黄磷中层吸取 1.6 mL~2.0 mL 分析试样至不锈钢勺中,勺内试样、不锈钢勺、勺内表层热水一并移至冷水中,静置、固化,制成的黄磷分析试样厚度 2 mm~3 mm,均匀透亮,表面光滑、不得有折绉或波纹,保存于蒸馏水中。

SN/T 4567—2016

工业黄磷试样抽取后,尽快放入水中保存,带至实验室制备分析试样。

移取液态黄磷试样时,移液管内液态黄磷上面应有 0.5 mL~1.0 mL 水层,防止黄磷接触空气;移出液态黄磷的操作应在水的液面下进行,防止移液管口处的黄磷接触空气、自燃。

不锈钢勺直径 5 mm~7 mm,表面光滑,不得有锈蚀点。



- 说明:
- 1——热水;
  - 2——不锈钢勺;
  - 3——玻璃移液管;
  - 4——水浴槽;
  - 5——玻璃烧杯;
  - 6——液态黄磷。

图 1 试样制备装置

## 5.2 测定

### 5.2.1 校准曲线绘制

黄磷标样(或质控样)制备方法与黄磷试样相同,试样体积、质量应基本一致,以减小误差。仪器样品专用杯中加入三分之二容量的蒸馏水,用镊子将三个以上工业黄磷标准样品(或工业黄磷质控样品)分别装入仪器样品专用杯,试样完全浸没于蒸馏水中,不与空气接触。参照附录 A 仪器工作条件,测定工业黄磷中磷、砷 X 射线强度,以磷、砷含量为横坐标、X 射线强度为纵坐标,计算机自动绘制校准曲线。

### 5.2.2 试样测定

在 5.2.1 条件下,测定 5.1 工业黄磷试样中磷、砷 X 射线强度,自动计算工业黄磷试样中磷、砷的质量分数( $x$ )。

## 6 计算

仪器自动计算工业黄磷试样中磷、砷质量分数,结果以%表示。

平行测定三次,取二次测定相近的平均值作为测定结果,数据处理按照 GB/T 8170 进行。



7 报告

测定结果以质量分数形式报告结果,磷含量保留 4 位有效数字,砷含量保留 3 位有效数字,最小值不小于 0.001 0%。

磷含量为参考值,不用于出具检测报告,仲裁检验按照 GB/T 7816 进行。

8 允许误差

五个实验室平行测试,允许误差见表 1。

表 1 允许误差 %

元素	含量范围	允许差
P	99.50~100.00	0.07
As	<0.010	0.002
	0.010~0.030	0.003
	>0.030	0.004

SN/T 4567—2016

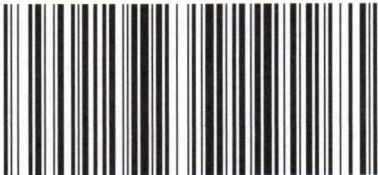
附 录 A  
(资料性附录)

能量色散 X 射线荧光光谱仪参考工作条件

表 A.1 给出了能量色散 X 射线荧光光谱仪参考工作条件。

表 A.1 能量色散 X 射线荧光光谱仪参考工作条件

测定顺序	测定元素	测定条件	
1	P <sup>a</sup>	滤光片名称	Low Za
		滤光片材料	No Filter
		电压	5 keV
		能量范围	0～10 keV
		测定时间	50 s
		计数速率	Medium
		环境	空气
2	As <sup>a</sup>	滤光片名称	Mid Zc
		滤光片材料	Pd Thick
		电压	28 keV
		能量范围	0～40 keV
		测定时间	80 s
		计数速率	Medium
		环境	空气
<sup>a</sup> 基本参数法测定磷含量,强度校正法测定砷含量。			



SN/T 4567-2016

书号:155066 • 2-32373  
定价: 14.00 元