

ICS 71.060.20  
G 13  
备案号:23792—2008

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4075—2008

### 工业用三氯化磷 正磷酸含量的测定 分光光度法

Phosphorus trichloride for industrial use-Determination of  
phosphoric acid content-spectrometric method

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准参考部分企业标准制定。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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、常州市阳城化工有限公司、徐州市建平化工有限公司。

本标准主要起草人:陈沛云、杨锡佩、陈勇、田友利、胡立明。

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。



# 工业用三氯化磷 正磷酸含量的测定 分光光度法

## 1 范围

本标准规定了工业用三氯化磷中正磷酸含量测定的方法。

本标准适用于工业用三氯化磷中正磷酸含量大于等于 0.001 %。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

HG/T 2970 工业用三氯化磷

## 3 方法原理

在酸性介质中,钼酸铵、酒石酸锑钾和正磷酸反应生成锑磷钼酸络合物,用抗坏血酸还原为“锑磷钼蓝”,在最大吸收波长 710 nm 处测定吸光度。

## 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应纯度的水。

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

### 4.1 钼酸铵溶液:6 g/L;

称取 6.0 g 钼酸铵,溶于约 500 mL 水中,加入 0.2 g 酒石酸锑钾及 83 mL 浓硫酸,冷却,稀释至 1 000 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,备用。

### 4.2 抗坏血酸溶液:17 g/L;

称取 8.8 g 抗坏血酸溶于约 250 mL 水中,加入 0.1 g 乙二胺四乙酸二钠及 4.0 mL 甲酸,用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,备用。保存期二周。

### 4.3 磷酸根(以 $\text{PO}_4^{3-}$ 计)标准溶液:0.1 mg/mL。

### 4.4 磷酸根(以 $\text{PO}_4^{3-}$ 计)标准溶液:0.02 mg/mL。

量取适量的磷酸根标准溶液(4.3),用水稀释 5 倍。该溶液使用前配制。

## 5 仪器和设备

一般的实验室仪器和分光光度计。

## 6 分析步骤

### 6.1 标准曲线的绘制

#### 6.1.1 标准比色液的配制

依次量取 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 磷酸根标准溶液(4.4)分别置于六个

50 mL 的容量瓶中,加水约至 20 mL。加入 5.0 mL 钼酸铵溶液(4.1),放置 10 min。再加入 3.0 mL 抗坏血酸溶液(4.2),用水稀释至刻度,混匀,在 25 °C~30 °C 条件下,放置 15 min。

### 6.1.2 吸光度的测定

用适宜的比色皿,于 710 nm 处,用水调整分光光度计零点,测定吸光度。

### 6.1.3 绘制标准曲线

以 50 mL 标准比色溶液中磷酸根( $\text{PO}_4^{3-}$ )的毫克数为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线或编制一元线性回归方程。

## 6.2 试样溶液制备

按 HG/T 2970 中三氯化磷含量测定中的规定制备试样溶液。

### 6.3 空白试验

空白试验与试料测定同时进行,采用与测定试料完全相同的分析步骤、试剂和用量。只是用水代替试料。

### 6.4 测定

量取适量的试样溶液(6.2)于 50 mL 容量瓶中,加水约至 20 mL。加入 5.0 mL 钼酸铵溶液(4.1),放置 10 min。再加入 3.0 mL 抗坏血酸溶液(4.2),用水稀释至刻度,混匀,在 25 °C~30 °C 条件下,放置 15 min。

用与标准曲线测定相同的比色皿,在 710 nm 处,以水调整分光光度计的零点,测定吸光度。

## 7 结果计算

磷酸含量以磷酸根(以  $\text{PO}_4^{3-}$  计)的质量分数  $w$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(m_3 - m_2) \times 10^{-3}}{m_1 \times V / 500} \times 100 = \frac{50(m_3 - m_2)}{m_1 V} \quad \text{..... (1)}$$

式中:

$m_1$ ——试样质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——由标准曲线上查得的或回归线性方程中计算的空白中磷酸根含量的数值,单位为毫克(mg);

$m_3$ ——由标准曲线上查得的或回归线性方程中计算的试料中磷酸根含量的数值,单位为毫克(mg);

$V$ ——量取的试料的体积的数值,单位为毫升(mL)。

## 8 允许差

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。平行测定结果之差的绝对值不超过 0.01 %。

## 9 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,包括各单次试验结果和它们的算术平均值。
- 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。

HG/T 4075—2008

**M** **MACY** **美析仪器**  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中华人民共和国  
化工行业标准  
工业用三氯化磷 正磷酸含量的测定 分光光度法  
HG/T 4075—2008  
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)  
北京云浩印刷有限责任公司印装  
880mm×1230mm 1/16 印张1/4 字数4千字  
2008年9月北京第1版第1次印刷  
书号:155025·0617

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:8.00元

版权所有 违者必究