



中华人民共和国国家标准

GB/T 1282—1996

化 学 试 剂 磷 酸

Chemical reagent
Phosphoric acid

1996-08-22 发布

1997-02-01 实施

国 家 技 术 监 督 局 发 布

前 言

本标准给出优级纯、分析纯、化学纯三个级别,其中优级纯等效采用 ISO 6353-2:1983《化学分析试剂——第2部分:规格——第一批》中 R22“磷酸”。差异如下:

1 标准编写

根据我国国情,本标准增列了性状、检验规则和包装及标志三章。

2 规格

2.1 项目

本标准优级纯比国际标准多列色度、灼烧残渣、硝酸盐、还原物质四项。

2.2 指标

优级纯的氯化物、硫酸盐、锰、铅四项指标严于国际标准,其他各项指标与国际标准相同。

3 试验

本标准含量、挥发酸的测定方法与国际标准相同,钠、钾、锰、镍、铜、锌、镉、铅的测定方法与国际标准相同,但指明样品须经加压离子交换法分离主体后测定。其他项目均引用我国已制定的一套化学试剂通用试验方法标准中相应的标准。这套标准基本上是采用 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂——第1部分:通用试验方法》制定的。

本标准修订并取代了 GB 1282—77《化学试剂 磷酸》,与前版本相比,为采用国际标准,在规格和试验方法上作了相应的变动。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 1282—77。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准起草单位:北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人:王素芳、孙世铭。

本标准于 1977 年首次发布。

中华人民共和国国家标准

化 学 试 剂 磷 酸

GB/T 1282—1996

代替 GB 1282—77

Chemical reagent
Phosphoric acid

分子式: H_3PO_4

相对分子质量: 98.00

1 范围

本标准规定了化学试剂磷酸的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 605—88 化学试剂 色度测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 610.2—88 化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 619—88 化学试剂 采样及验收规则

GB 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 9723—88 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 9728—88 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 9729—88 化学试剂 氯化物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 9735—88 化学试剂 重金属测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 9739—88 化学试剂 铁测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 9741—88 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB 15346—94 化学试剂 包装及标志

3 性状

本试剂为无色、无嗅、粘稠液体,溶于水及醇。密度(20℃)约为 1.69 g/mL。

4 规格

磷酸的规格应符合表 1 的规定。

表 1

名 称	优级纯	分析纯	化学纯
含量(H ₃ PO ₄), %	≥85.0	≥85.0	≥85.0
色度, 黑曾单位	≤10	≤25	≤25
灼烧残渣, %	≤0.1	≤0.2	≤0.5
挥发酸(以 H ⁺ 计), mmol/100 g	≤0.02	≤0.02	≤0.02
氯化物(Cl), %	≤0.000 2	≤0.000 3	≤0.000 5
硫酸盐(SO ₄), %	≤0.001	≤0.003	≤0.01
硝酸盐(NO ₃), %	≤0.000 3	≤0.000 5	≤0.000 5
砷(As), %	≤0.000 1	≤0.000 1	≤0.000 5
铁(Fe), %	≤0.001	≤0.002	≤0.002
钠(Na), %	≤0.05		
钾(K), %	≤0.005		
锰(Mn), %	≤0.000 2	≤0.000 2	≤0.000 5
镍(Ni), %	≤0.000 5		
铜(Cu), %	≤0.000 5		
锌(Zn), %	≤0.001		
镉(Cd), %	≤0.000 5		
铅(Pb), %	≤0.000 5		
重金属(以 Pb 计), %		≤0.001	≤0.001
还原物质(以 H ₃ PO ₃ 计), %	≤0.005	≤0.01	≤0.05

5 试验

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601 的、GB/T 602 的、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682—92 中三级水规格,样品均按精确至 0.1 mL 量取。

5.1 含量

称取 1 g 样品,精确至 0.000 1 g。加 100 mL 水,加 5 滴百里香酚酞指示液(1 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈蓝色。

含量按式(1)计算:

$$X = \frac{V \cdot c \times 49.00}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: X ——磷酸的质量百分含量, %;

V ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

49.00——磷酸的摩尔质量 $[M(1/2H_3PO_4)]$, g/mol;

m ——样品的质量, g。

5.2 色度

按 GB/T 605 的规定测定。

5.3 灼烧残渣

量取 0.6 mL (1 g) 样品, 按 GB/T 9741—88 中 4.3 的规定测定(其中, 用黄金坩埚、灼烧温度 $800^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$), 结果按 GB/T 9741—88 中第 5 章的规定计算。

5.4 挥发酸

量取 30 mL (50 g) 样品, 注入 250 mL 支管烧瓶中, 加 70 mL 无二氧化碳的水, 加热蒸馏出 50 mL。于馏出液中加入 2 滴酚酞指示液(10 g/L), 用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈粉红色, 并保持 30 s。氢氧化钠标准滴定溶液的用量不得多于 0.10 mL。

5.5 氯化物

量取 3 mL (5 g) 样品, 稀释至 20 mL 后, 按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

优级纯	0.010 mg Cl;
分析纯	0.015 mg Cl;
化学纯	0.025 mg Cl。

与样品同时同样处理。

5.6 硫酸盐

量取 3 mL (5 g) 样品, 稀释至 50 mL, 取 10 mL (化学纯取 5 mL), 稀释至 20 mL, 加 0.5 mL 盐酸溶液(20%)后, 按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

优级纯	0.01 mg SO_4 ;
分析纯	0.03 mg SO_4 ;
化学纯	0.05 mg SO_4 。

稀释至 20 mL, 与同体积试液同时同样处理。

5.7 硝酸盐

量取 3 mL (5 g) 样品, 稀释至 10 mL, 加 1 mL 氯化钠溶液(100 g/L)及 1 mL 靛蓝二磺酸钠溶液 $[c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2)=0.001 \text{ mol/L}]$, 在摇动下于 10 s~15 s 内加入 10 mL 硫酸, 放置 10 min。溶液所呈蓝色不得浅于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的硝酸盐标准溶液:

优级纯	0.015 mg NO_3 ;
分析纯、化学纯	0.025 mg NO_3 。

与样品同时同样处理。

5.8 砷

量取 1.2 mL (2 g) 样品, 稀释至 30 mL, 注入砷瓶中后, 按 GB/T 610.2 的规定测定。吸收液所呈紫红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的砷标准溶液:

优级纯、分析纯	0.002 mg As;
化学纯	0.010 mg As。

与样品同时同样处理。

5.9 铁

量取 3 mL (5 g) 样品, 稀释至 100 mL。取 10 mL, 用氨水溶液 (10%) 将溶液 pH 值调至 2 后, 按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

优级纯 0.005 mg Fe;

分析纯、化学纯 0.010 mg Fe。

稀释至 10 mL, 用盐酸溶液 (15%) 将溶液 pH 值调至 2, 与调节后的试液同时同样处理。

5.10 钠、钾、锰 (优级纯)、镍、铜、锌、镉、铅

按 GB/T 9723 的规定测定, 其中:

5.10.1 仪器条件

光源: 空心阴极灯;

火焰: 乙炔-空气;

波长: 钠 589.0 nm (或 330.2 nm)、钾 766.5 nm、锰 279.5 nm、镍 232.0 nm、铜 324.7 nm、锌 213.9 nm、镉 228.8 nm、铅 283.3 nm (或 217.0 nm)。

5.10.2 测定方法

实验用水应符合 GB/T 6682—92 中二级水规格。

按附录 A (标准的附录) 将加压离子交换器安装好。离子交换柱中装有颗粒的直径为 0.02 mm ~ 0.08 mm, 交换容量为 4 mmol/g ~ 5 mmol/g 的强酸性阳离子交换树脂。

量取 1.2 mL (2 g) 样品, 加入 4 mL 水, 混匀。打开交换器上盖, 将样品注入样品管中, 拧紧上盖, 旋转阀门, 向交换器中加压 (0.5 MPa 以下), 磷酸基体自交换器下端流出并弃去。旋转阀门至交换器“放空”位置, 打开交换器上盖, 加 5 mL 水, 再加压洗涤交换器中残留的样品并弃去。旋转阀门至交换器“放空”位置。

打开交换器上盖, 加入 5 mL 盐酸溶液 (10%), 拧紧上盖, 旋转阀门, 向交换器中加压 (0.5 MPa 以下), 洗脱液接收于洗净的容器中。再于交换器中加入 5 mL 水, 加压洗涤交换器。洗涤液与洗脱液合并, 为试验溶液。

a) 锰、铅的测定

取试验溶液, 按 GB/T 9723—88 中 6.2.1 的规定分别测定。

b) 钾、锌的测定

取 1 mL 试验溶液, 稀释至 10 mL, 按 GB/T 9723—88 中 6.2.1 的规定分别测定。

c) 钠、镍、铜、镉的测定

取 5 mL 试验溶液, 稀释至 25 mL, 按 GB/T 9723—88 中 6.2.1 的规定分别测定。

5.11 锰

量取 6 mL (10 g) 样品, 稀释至 40 mL, 加 10 mL 硝酸, 5 mL 硫酸, 煮沸 5 min, 冷却, 加 0.25 g 高碘酸钾, 再煮沸 5 min, 冷却后稀释至原体积。溶液所呈粉红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取 3 mL (5 g) 样品及含下列数量的锰标准溶液:

分析纯 0.010 mg Mn;

化学纯 0.025 mg Mn。

稀释至 40 mL, 与同体积试液同时同样处理。

5.12 重金属

量取 1.8 mL (3 g) 样品, 稀释至 10 mL, 用氨水溶液 (10%) 将溶液 pH 值调至 4 后, 按 GB/T 9735—88 之规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取 0.6 mL (1 g) 样品及含下列数量的铅标准溶液:

分析纯、化学纯 0.02 mg Pb。

稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.13 还原物质

5.13.1 硫酸银溶液(10 g/L)的制备

称取 1 g 硫酸银,加 50 mL 硫酸溶液(40%),稀释至 100 mL。

5.13.2 测定方法

取 40 mL 硫酸溶液(40%),加 10.00 mL 硫酸铈标准滴定溶液 $\{c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2]=0.1 \text{ mol/L}\}$ 及 10 mL 硫酸银溶液(10 g/L),滴加 6 mL(10 g)样品,加 40 mL 水,煮沸 15 min,冷却,稀释至原体积,加 2 滴 1,10-菲罗啉-亚铁指示液,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $\{c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]=0.1 \text{ mol/L}\}$ 滴定至溶液呈红色。同时做空白试验。

含量按式(2)计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 41.00}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X ——还原物质的质量百分含量, %;

V_1 ——空白试验硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度, mol/L;

41.00——亚磷酸的摩尔质量 $[M(1/2\text{H}_3\text{PO}_3)]$, g/mol;

m ——样品的质量, g。

6 检验规则

按 GB/T 619 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4、5 类;

内包装形式:NB-20、NB-21、NB-26、NB-27、NB-29;

隔离材料:GC-2、GC-3;

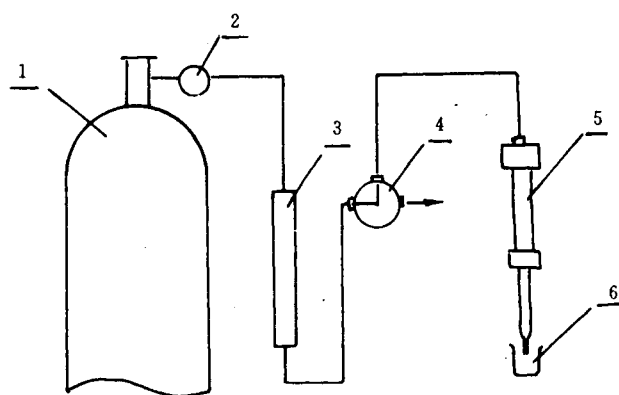
外包装形式:WB-1。

标签应注明“腐蚀性物品”。

附录 A
(标准的附录)
加压离子交换装置

A1 加压离子交换装置流程

加压离子交换装置流程, 见图 A1。



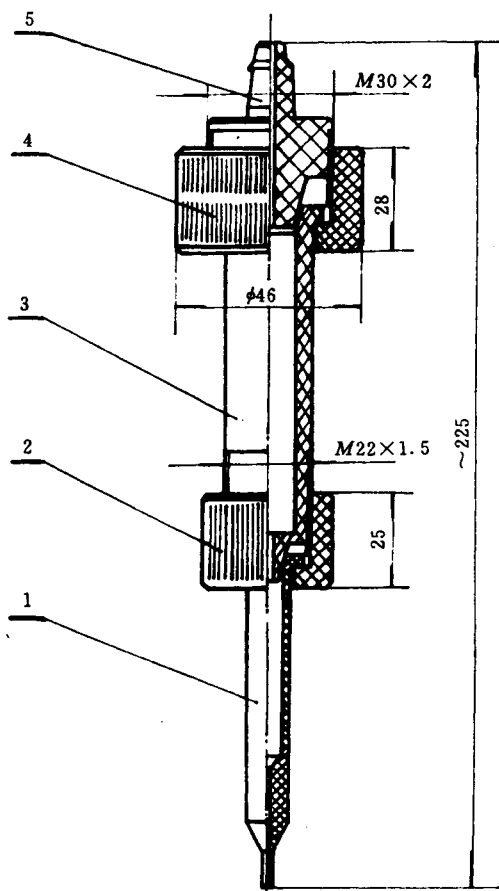
1—压缩空气(或氮气)钢瓶; 2—压力表; 3—净化管; 4—阀门;
5 交换器; 6 接收杯

图 A1 流程图

A2 加压离子交换器

加压离子交换器用聚四氟乙烯塑料制成, 由样品管、离子交换柱和连接螺母组成, 见图 A2。

单位:mm



1—离子交换柱;2、4—连接螺母;3—样品管;5—交换器上盖

图 A2 加压离子交换器

A3 装柱

在离子交换柱底部装入少许聚四氟乙烯塑料细丝并压紧,装入约 1 g 强酸型阳离子交换树脂。将交换柱与样品管连接并按图 A1 安装好。打开交换器上盖 5(见图 A2),加入 10 mL 水于样品管 3 中,拧紧上盖,旋转阀门 4,向交换器内加压(0.5 MPa 以下)水自交换柱 1 流出。检查流出的水中无树脂颗粒即可。

A4 树脂的转型和再生

新树脂装柱后,用 50 mL 盐酸(5%)加压交换,再用水洗至中性。树脂由 SO_3Na 型转为 SO_3H 型。

每次实验结束后,用 10 mL 盐酸溶液(15%)加压交换,再用水洗至中性,使树脂再生。于离子交换柱内充满水保存。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂
磷 酸

GB/T 1282—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

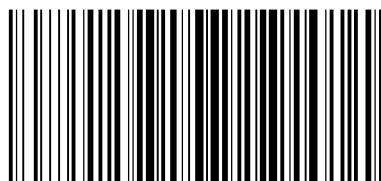
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 17 千字
1997年3月第一版 1997年3月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-13481 定价 10.00 元

*

标 目 304—18



GB/T 1282—1996