

磷及磷化合物

质量标准手册

全国化学标准化技术委员会无机化工分会 编
中海油天津化工研究设计院



中国质检出版社
中国标准出版社

磷及磷化合物质量 标准手册

全国化学标准化技术委员会无机化工分会 编
中海油天津化工研究设计院

中国质检出版社
中国标准出版社

北 京

图书在版编目 (CIP) 数据

磷及磷化合物质量标准手册/中海油天津化工研究
设计院, 全国化学标准化技术委员会无机化工分会编.
—北京: 中国质检出版社 中国标准出版社, 2011
ISBN 978-7-5066-6144-7

I. ①磷… II. ①中…②化… III. ①磷-化工生产-
质量标准-手册②磷化合物:无机化合物-化工生产-质量
标准-手册 IV. ①TQ126.3-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 048943 号

中国质检出版社 出版发行
中国标准出版社
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区复外三里河北街 16 号(100045)
网址: www.spc.net.cn
电话: (010)64275360 68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 787×1092 1/16 印张 35.25 字数 827 千字
2011 年 8 月第一版 2011 年 8 月第一次印刷

*

定价 80.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话: (010)68510107

前 言

磷化工产品是无机盐一个重要组成部分,它的重要产品已在国民经济各部门中发挥着重要作用,尤其在工业、军工、外贸、电子产业、农业、环境保护和人民生活中得到广泛使用并促进了其他部门的发展。近年来由于新技术、新产品的开发,使磷酸盐产品在新领域、新技术、新兴产业中得到更广泛的使用。为此编写《磷及磷化合物质量标准手册》以促进我国磷化工产品质量的提高,同时为该行业发展精细磷酸盐产品起到引领作用。

本书共九章,第一章 单质、第二章 酸、第三章 磷化物、第四章 钠盐、第五章 钾盐、第六章 钙盐、第七章 铵盐、第八章 磷酸盐(锌、锰、锂、镁、铁、铜、铝、铅)及第九章 其他,共 82 个品种,包括工业用、电镀用、牙膏工业用、电子工业用、军工用和饲料级产品,并作为食品添加剂、肥料、医药、农药、染料和水处理药剂等。

本书适用于生产企业、科研院所、高等院校、商业外贸和检验中心,是一本重要工具书,也是生产和科研开发的参考资料,为磷酸盐行业发展将起到积极的推动作用。

为了将本书编写更完善和实用,专门成立了《磷及磷化合物质量标准手册》编写委员会。委员所在单位均是国内知名企业,体现企业重视行业的自身发展,积极为促进磷酸盐行业的技术进步做贡献。

本书由李光明和安晓英负责第一章和第二章编写,王彦负责第三章编写,弓创周和夏俊玲负责第四章编写,郭凤鑫和王莹负责第五章编写,赵美敬负责第六章编写,李霞负责第七章编写,丁灵、郭永欣和杨裴负责第八章和第九章编写,范国强负责附录编写,弓创周和李光明负责中英文索引,安晓英负责电子排版。

本书英文由刘幽若、范国强、王彦校对。由刘幽若、李光明、

弓创周、夏俊玲、郭凤鑫审核。

本书的出版得到四川龙蟒集团有限责任公司、核工业理化工程研究院华核新技术开发公司的大力支持和帮助,在此表示衷心的感谢。

编 者

2010 年 11 月

《磷及磷化合物质量标准手册》

编 委 会

主 任:刘红光

副 主 任:刘幽若 弓创周

编 委:范宪国 孟琰彬 朱洪成 李光明
夏俊玲 郭凤鑫 王 彦

编写组成员:(按姓氏笔画排名)

丁 灵	弓创周	王 彦	王 莹
刘幽若	李光明	李 霞	安晓英
杨 裴	范国强	赵美敬	郭凤鑫
郭永欣	夏俊玲		

目 录

第一章 单质	1
一、工业黄磷	1
二、工业赤磷	5
第二章 酸	11
一、磷酸	11
(一) 食品添加剂 磷酸	11
(二) 工业磷酸	18
(三) 工业湿法粗磷酸	23
(四) 工业湿法净化磷酸	26
二、工业亚磷酸	38
三、工业焦磷酸	42
第三章 磷化物	48
一、电子工业用气体 磷化氢	48
二、磷化铝片剂	56
三、磷化锌原药	59
四、工业三氯化磷	62
五、工业用五氯化磷	68
六、工业三氯氧磷	72
七、工业五硫化二磷	79
八、五氧化二磷	90
第四章 钠盐	95
一、磷酸二氢钠	95
(一) 食品添加剂 磷酸二氢钠	95
(二) 工业磷酸二氢钠	101
二、磷酸氢二钠	108
(一) 食品添加剂 磷酸氢二钠	108
(二) 工业磷酸氢二钠	118

三、磷酸三钠	124
(一) 食品添加剂 磷酸三钠	124
(二) 工业磷酸三钠	133
四、次磷酸钠	138
(一) 食品添加剂 次磷酸钠	138
(二) 工业次磷酸钠	140
五、聚偏磷酸钠	147
(一) 食品添加剂 六偏磷酸钠	147
(二) 工业六聚偏磷酸钠	153
(三) 水处理剂 聚偏磷酸钠	158
六、偏磷酸钠	165
(一) 食品添加剂 不溶性偏磷酸钠	165
(二) 食品添加剂 三偏磷酸钠	166
七、焦磷酸钠	168
(一) 食品添加剂 焦磷酸钠	168
(二) 工业焦磷酸钠	176
八、食品添加剂 焦磷酸二氢二钠	180
九、三聚磷酸钠	186
(一) 食品添加剂 三聚磷酸钠	186
(二) 工业三聚磷酸钠	197
十、牙膏工业用单氟磷酸钠	216
十一、氯化磷酸三钠	224
十二、食品添加剂 三聚磷酸钾钠	228
第五章 钾盐	232
一、磷酸二氢钾	232
(一) 食品添加剂 磷酸二氢钾	232
(二) 饲料级 磷酸二氢钾	239
(三) 工业磷酸二氢钾	243
二、食品添加剂 磷酸氢二钾	255
三、食品添加剂 磷酸三钾	262
四、食品添加剂 甘油磷酸钾	271
五、食品添加剂 聚偏磷酸钾	272
六、焦磷酸四钾	274
(一) 食品添加剂 焦磷酸四钾	274
(二) 电镀用焦磷酸钾	280
七、食品添加剂 三聚磷酸钾	288

第六章 钙盐	292
一、磷酸氢钙	292
(一) 食品添加剂 磷酸氢钙	292
(二) 牙膏工业用磷酸氢钙	298
(三) 饲料级 磷酸氢钙	321
(四) 饲料磷酸氢钙(骨质)	327
(五) 肥料级 磷酸氢钙	334
二、磷酸二氢钙	340
(一) 食品添加剂 磷酸二氢钙	340
(二) 饲料级 磷酸二氢钙	349
三、食品添加剂 磷酸三钙	355
四、活性磷酸钙	363
五、饲料级 磷酸一二钙	368
六、食品添加剂 甘油磷酸钙	375
七、食品添加剂 焦磷酸钙	376
八、食品添加剂 焦磷酸二氢钙	378
第七章 铵盐	382
一、磷酸二氢铵	382
(一) 食品添加剂 磷酸二氢铵	382
(二) 工业磷酸二氢铵	390
二、磷酸氢二铵	397
(一) 食品添加剂 磷酸氢二铵	397
(二) 饲料级 磷酸氢二铵	399
(三) 工业磷酸氢二铵	402
三、工业聚磷酸铵	405
四、饲料级 磷酸脲	415
第八章 磷酸盐(锌、锰、锂、镁、铁、铜、铝、铅)	422
一、工业磷酸二氢锌	422
二、工业磷酸二氢锰	427
三、食品添加剂 次磷酸锰	432
四、食品添加剂 甘油磷酸锰	434
五、六氟磷酸锂	436
六、六氟磷酸锂电解液	444
七、食品添加剂 磷酸镁	453
八、食品添加剂 磷酸氢镁	455

九、食品添加剂 磷酸铁	457
十、食品添加剂 焦磷酸铁	463
十一、食品添加剂 焦磷酸亚铁溶液	465
十二、食品添加剂 焦磷酸钠铁	467
十三、电镀用焦磷酸铜	469
十四、磷酸钠铝	476
(一) 食品添加剂 酸式磷酸钠铝	476
(二) 食品添加剂 碱式磷酸钠铝	478
十五、二盐基亚磷酸铅	479
第九章 其他	484
一、六氟磷酸锂产品分析方法	484
二、无机化工产品中五氧化二磷含量测定的通用方法	489
附录一 标准溶液、杂质、试剂及制品的制备及离子鉴别方法	491
(一) 标准滴定溶液的配制	491
(二) 杂质标准溶液制备	499
(三) 制剂及制品的制备	501
(四) 离子鉴别试验方法	506
附录二 铁、氯化物、氟化物、砷、重金属、铅、汞、镉含量测定通用方法	508
(一) 工业用化工产品铁含量测定的通用方法——1,10-菲啰啉分光光度法	508
(二) 氯化物含量测定通用方法——目视比浊法	510
(三) 氯化物含量测定通用方法——电位滴定法	511
(四) 氟化物含量测定通用方法——离子选择性电极法	514
(五) 砷含量测定通用方法——砷斑法	518
(六) 砷含量测定通用方法——二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法	521
(七) 无机化工产品中重金属测定通用方法	524
(八) 铅含量测定通用方法——双硫脲法	526
(九) 铅含量测定通用方法——石墨炉原子吸收光谱法	528
(十) 铅含量测定通用方法——火焰原子吸收光谱法	530
(十一) 铅含量测定通用方法——吡咯烷二硫代甲酸铵盐(APDC)萃取法	532
(十二) 汞含量测定通用方法——无火焰原子吸收光谱法	533
(十三) 镉含量测定通用方法——石墨炉原子吸收分光光度法	535
(十四) 镉含量测定通用方法——火焰原子吸收分光光度法	537
(十五) 化工产品中水分含量的测定——卡尔·费休法(通用方法)	538
附录三 中文索引(按汉语拼音)	550

第一章 单 质

一、工业黄磷

Yellow phosphorus for industrial use

1 分子式和相对分子质量

分子式:P 或 P_4

相对分子质量:30.97 或 123.89(按 2007 年国际相对原子质量)

2 用途

黄磷主要用于生产热法磷酸、三氯化磷、三氯氧磷、五硫化二磷等磷化合物,也用于肥料、食品、医药、农药、电子工业及军工领域。

3 指标要求

工业黄磷国家标准(GB 7816—1998)要求见表 1-1。

表 1-1 要求

项 目			指 标	
			优 等 品	一 等 品
外观			石蜡状,淡黄色至微黄绿色	石蜡状,黄绿色至棕绿色
黄磷, w/%	在苯中	$\geq$	99.90	99.50
	在二硫化碳中	$\geq$	99.90	—
不溶物, w/%	在苯中	$\leq$	0.10	0.50
	在二硫化碳中	$\leq$	0.10	—
砷(As), w/%			0.01	0.02

4 分析方法

特别提示:不溶物测定和砷的测定应该在通风橱内进行操作。

4.1 外观判别

在自然光下,用目视法判别制备好的广口瓶中的样品。

4.2 试样的制备

按图 1-1 的装置制备试样。

戴橡胶手套,将装有样品的样品杯放入水浴槽中(见图 1-1)加热至约 70 °C 使黄磷熔融。用内径为 5 mm 或 6 mm 的玻璃采样管,插入样品杯中,缓缓搅拌后,提取需要量的黄磷。用手指封住采样管上端,慢慢地将采样管提到水层(注意:采样管底端不要离开水面),将管中黄磷注入预先放进水浴中的瓷坩埚里。将盛有试样的瓷坩埚从水浴中取出,置于冷水中冷却,待黄磷凝固后,用镊子取出,储存于装有水的无色透明的广口瓶中,备用。

4.3 黄磷含量的测定

4.3.1 黄磷在苯中的质量分数以 w_1 计,数值以 % 表示,按下式计算:

$$w_1 = 100\% - w_3$$

式中:

w_3 ——苯不溶物的质量分数,数值以 % 表示,按 4.4 的规定测定。

4.3.2 黄磷在二硫化碳中的质量分数以 w_2 计,数值以 % 表示,按下式计算:

$$w_2 = 100\% - w_4$$

式中:

w_4 ——二硫化碳不溶物的质量分数,数值以 % 表示,按 4.5 的规定测定。

4.4 苯不溶物含量的测定

4.4.1 方法提要

将黄磷试样溶解在苯中,通过过滤、干燥、称量,计算出苯不溶物的含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 苯;

4.4.2.2 无水乙醇。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm ~15 μm ;

4.4.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C $\pm$ 2 °C;

4.4.3.3 恒温水浴。

4.4.4 分析步骤

用镊子夹取约 3 g~5 g 试样(4.2),迅速用滤纸吸干试样表面附着的水分,置于盛有无水乙醇的 50 mL 烧杯中脱水。用镊子取出,用滤纸吸干并迅速放入称量过的含水的称量瓶中进行称量,精确至 0.01 g。

在通风橱中,将在 105 °C $\pm$ 2 °C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚与真空抽滤瓶连接,向玻璃砂坩埚中加入 25 mL 在恒温水浴上加热至沸的苯,迅速用滤纸吸干已称量过的黄磷试样表面附着的水分并置于玻璃砂坩埚中,稍待片刻,接通真空泵进行抽滤。抽出部分苯溶液,停止抽滤(黄磷试样必须浸入在苯中)。再加入至沸的苯,待黄磷溶解后再抽滤。

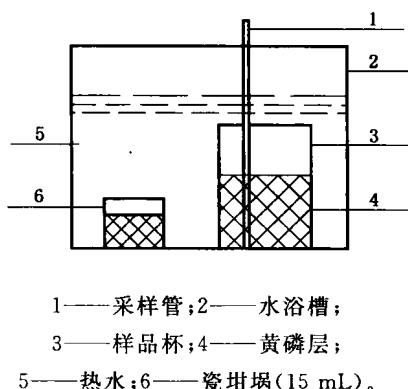


图 1-1 试样制备装置

这样反复操作,直至黄磷全部溶解滤净,以滤液滴在滤纸上挥发后不冒白烟为止。将洗好的玻璃砂坩埚于室温下置于通风橱中,待苯全部挥发后,放在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中,干燥至质量恒定。

4.4.5 结果计算

苯不溶物的质量分数以 w_3 计,数值以%表示,按下式计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m_4 - m_3} \times 100\%$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚和残渣干燥后质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——装有水的称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——装有水的称量瓶与黄磷试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.5 二硫化碳不溶物含量的测定

4.5.1 方法提要

将黄磷试样溶解在二硫化碳中,通过过滤、干燥、称量,计算出二硫化碳不溶物的含量。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 二硫化碳;

4.5.2.2 无水乙醇。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 $5\text{ }\mu\text{m} \sim 15\text{ }\mu\text{m}$;

4.5.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.5.4 分析步骤

用镊子夹取约 3 g~5 g 试样(4.2),迅速用滤纸吸干试样表面附着的水分,置于盛有无水乙醇的 50 mL 烧杯中脱水。用镊子取出,用滤纸吸干并迅速放入称量过的含水的称量瓶中进行称量,精确至 0.01 g。

在通风橱中,将在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚与真空抽滤瓶连接,向玻璃砂坩埚中加入 15 mL 二硫化碳,迅速用滤纸吸干已称量过的黄磷试样表面附着的水分并置于玻璃砂坩埚中,待黄磷溶解后,接通真空泵进行抽滤。当液层近干时停止抽滤。再加入 5 mL 二硫化碳,溶解后抽滤。这样反复操作,直至黄磷全部溶解滤净,以滤液滴在滤纸下,挥发后不冒白烟为止。将洗好的玻璃砂坩埚于室温下置于通风橱中,待二硫化碳全部挥发后,放在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中,干燥至质量恒定。

4.5.5 结果计算

二硫化碳不溶物的质量分数以 w_4 计,数值以%表示,按下式计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m_4 - m_3} \times 100\%$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚与残渣干燥后的质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——装有水的称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——装有水的称量瓶与黄磷试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.6 砷含量测定

4.6.1 方法提要

在盐酸介质中,用锌还原砷,生成砷化氢,通过二乙基二硫代氨基甲酸银 $[\text{Ag}(\text{DDTC})]$ 吡啶溶液中,生成可溶性胶态银,呈紫红色,在最大吸收波长 540 nm 处,测定吸光度,根据吸光度的大小确定样品中的砷含量。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 盐酸。

4.6.2.2 无水乙醇。

4.6.2.3 无砷锌粒:粒径为 0.5 mm~1 mm。

4.6.2.4 硝酸溶液:7+5。

4.6.2.5 盐酸溶液:1+2。

4.6.2.6 硫酸溶液:1+2。

4.6.2.7 碘化钾溶液:150 g/L 溶液。

4.6.2.8 二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶 $[\text{Ag}(\text{DDTC})]$:5 g/L 溶液。

溶解 1 g 二乙基二硫代氨基甲酸银于吡啶中,并用吡啶稀释至 200 mL,贮存于棕色瓶中,避免阳光直接照射,可在两周内保持稳定。

4.6.2.9 氯化亚锡盐酸溶液。

溶解 40 g 氯化亚锡 $(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ 于 25 mL 水和 75 mL 盐酸的混合液中。

4.6.2.10 砷标准溶液:1 mL 溶液含砷(As)2.50 μg 。

用移液管移取 2.5 mL 按本书附录一(二)中配制的砷标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

4.6.2.11 乙酸铅棉花。

溶解 50 g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 于 250 mL 水中,用此溶液将脱脂棉花浸透,取出,自然风干后,贮存在带磨口塞的广口瓶中,备用。

4.6.3 仪器、设备

测定砷的所有玻璃容器,必须用热硫酸小心洗涤,再用水洗干净,并完全干燥。

测定仪器图见本书附录二(六)中图 1'-3。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 试验溶液的制备

用镊子夹取约 2 g~3 g 试样(4.2),迅速用滤纸吸干试样表面附着的水分,置于盛有无水乙醇的 50 mL 烧杯中脱水。用镊子取出,用滤纸吸干并迅速放入装有水的称量过的

称量瓶中进行称量,精确至 0.01 g。在通风橱中,将试样置于盛有 70 mL 硝酸溶液的 250 mL 带柄瓷皿中,盖上表面皿,放在热水浴上缓缓加热。试样与硝酸的反应程度随温度的上升而加剧。当反应过于剧烈时,从水浴上移开瓷皿,必要时置于冷水中冷却;反之再放在水浴上加热。控制反应的剧烈程度,不使液状黄磷试样较小颗粒浮在硝酸溶液的表面,避免黄磷接触空气而燃烧。在黄磷溶解过程中不得移开表面皿。

当全部黄磷均被氧化成磷酸后,提起表面皿,用少量水冲洗表面皿。向瓷皿内加入 30 mL 硫酸溶液,放在电炉上缓缓蒸发,至冒出三氧化硫白烟为止,取下瓷皿,冷却。将溶液全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

4.6.4.2 空白试验溶液的制备

在制备空白试验溶液时,除不加试料外,其他操作和加入的试剂的种类和量与试验溶液同时同样处理。

4.6.4.3 工作曲线的绘制

按本书附录二(六)中 5.3.1 的规定进行操作,并绘制工作曲线。

4.6.4.4 测定

用移液管移取 5 mL 试验溶液和空白试验溶液,分别置于锥形瓶中,各加 10 mL 盐酸溶液,加水至体积约为 40 mL。然后按本书附录二(六)的 5.3.1 中“加 2 mL 碘化钾溶液……”开始进行操作,测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度。

4.6.5 结果计算

砷含量以砷(As)的质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按下式计算:

$$w_5 = \frac{m_2 - m_1}{(m_4 - m_3) \times \frac{5}{250}} \times 100\%$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查的空白试验溶液中的砷质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——从标准曲线上查的试验溶液中的砷质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——装有水的称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——装有水的称量瓶和黄磷试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%。

二、工业赤磷

Red phosphorus for industrial use

1 分子式和相对分子质量

分子式: P_4

相对分子质量:123.89 (按 2007 年国际相对原子质量)

2 用途

赤磷用于制造火柴、烟火以及磷化铝、五氧化二磷、三氯化磷等。是生产有机磷农药的原料。冶金工业用于制造磷青铜片。还用于轻金属的脱酸及制药。

3 指标要求

3.1 外观:暗红色粉粒,部分具有金属光泽。

3.2 工业赤磷国家标准(GB 4947—2003)要求见表 1-2。

表 1-2 要求

项 目		指 标		
		优 等 品	一 等 品	合 格 品
赤磷(以 P 计),w/%	≥	99.0	98.5	97.5
黄磷(以 P 计),w/%	≤	0.005	0.005	0.010
游离酸(以 H ₃ PO ₄ 计),w/%	≤	0.30	0.50	0.80
水分,w/%	≤	0.20	0.25	0.30
细度,w/%	通过 0.250 mm 试验筛 ≥	50	50	50
	通过 1.7 mm 试验筛 ≥	100	100	100

4 分析方法

4.1 外观判别

在自然光下,用目视法判别外观。

4.2 赤磷含量的测定

4.2.1 方法原理

用溴饱和和硝酸溶液和氯酸钾将赤磷氧化为磷酸根,在酸性介质中用磷钼酸喹啉重量法测定磷含量。

4.2.2 试剂

4.2.2.1 氯酸钾。

4.2.2.2 盐酸。

4.2.2.3 硝酸溶液:1+1。

4.2.2.4 溴饱和硝酸溶液。

将硝酸与少量的溴混匀,溶液下部有过量的棕红色溴存在,即表示硝酸被溴饱和。

4.2.2.5 喹钼柠酮溶液。

4.2.3 仪器

4.2.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm;

4.2.3.2 电热恒温干燥箱:温度可控制在 180℃±5℃或 250℃±10℃。

4.2.4 分析步骤

将 50 g 试样小心迅速研磨后(严防燃烧和受潮),用称量瓶称取 0.5 g,精确至 0.000 2 g,置于 300 mL 锥形瓶中,加水润湿,在通风柜内用漏斗加入 30 mL 溴饱和硝酸溶液,放置 1 h,于电热板上(或水浴中)加热至溴色消失。冷却后加入 1 g 氯酸钾和 30 mL 盐酸,放置 10 min,用少量水冲洗漏斗,然后取下。缓慢加热溶液至约 10 mL,加 200 mL 热水,全部移入 500 mL 容量瓶中,冷却后用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,弃去初始滤液 30 mL。用移液管移取 10 mL 滤液置于 400 mL 烧杯中,加 80 mL 水、10 mL 硝酸溶液和 50 mL 喹钼柠酮溶液,盖上表面皿,以下按本书第九章的 5.3 测定中“于电热板或水浴中加热至杯内物温度达 $75\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ……”进行操作。

同时做空白试验,空白试验溶液除不加试料外,其他操作和加入的试剂的种类和量与试验溶液的完全相同。

4.2.5 结果计算

赤磷含量以磷(P)质量分数 w_1 计,数值以%表示,按下式计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.014\ 00}{m \times 10/500} \times 100\% - (w_2 + w_3 \times 0.316\ 0)$$

式中:

m_1 ——试验溶液生成沉淀物质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——空白试验溶液生成沉淀物质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——试样中黄磷(以 P 计)质量分数,数值以%表示;

w_3 ——试样中游离酸(以 H_3PO_4 计)质量分数,数值以%表示;

0.014 0——磷钼酸喹啉换算为磷的系数;

0.316 0——磷酸换算为赤磷的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

注:快速分析时,试样中加入溴饱和硝酸溶液后待反应缓和即可置于电热板上加热,但仲裁分析必须执行 GB 4947—2003。

4.3 黄磷含量的测定

4.3.1 方法提要

赤磷中的黄磷用苯溶出,在含黄磷的苯溶液中加入硝酸银溶液后形成黄色,用限量比色法测定。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 苯。

4.3.2.2 无水乙醇。

4.3.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

4.3.2.4 黄磷标准溶液:1 mL 溶液含磷(P)0.01 mg。

溶液 A:将盛有 30 mL 苯的带磨口塞的 50 mL 容量瓶称量,精确至 0.000 2 g。用镊子取约 0.025 g 纯净工业黄磷于无水乙醇中洗涤,取出后迅速用滤纸吸干,放入容量瓶再