



中华人民共和国国家标准

GB/T 1282—2013
代替 GB/T 1282—1996

化学试剂 磷酸

Chemical reagent—Phosphoric acid

(ISO 6353-2:1983, Reagents for chemical analysis—
Part 2: Specifications—First series, NEQ)

2013-12-31 发布

2014-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化学试剂 磷酸
GB/T 1282—2013

*

中国标准出版社出版发行
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)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)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 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 18 千字
2014 年 6 月第一版 2014 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-49131 定价 16.00 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 1282—1996《化学试剂 磷酸》，与 GB/T 1282—1996 相比，主要技术变化如下：

- 挥发酸的单位由“mmol/100 g”调整为“mmol/g”(见第 4 章,1996 年版的第 4 章)；
- 砷优级纯、分析纯的规格由“0.000 1%”提高至“0.000 05%”，化学纯的规格由“0.000 5%”提高至“0.000 1%”(见第 4 章,1996 年版的第 4 章)；
- 提高了钠、钾、镍、铜、锌、镉六项优级纯的规格(见第 4 章,1996 年版的第 4 章)；
- 增加了钠、钾、镍、铜、锌、镉、铅七项分析纯和化学纯的规格(见第 4 章)；
- 还原物质化学纯的规格由“0.05%”提高至“0.03%”(见第 4 章,1996 年版的第 4 章)；
- 改进了含量的测定方法(见 5.2,1996 年版的 5.1)；
- 增加了砷的测定方法(见 5.8.2)；
- 增加了钠、钾、锰、镍、铜、锌、镉、铅的电感耦合等离子体原子发射光谱法测定方法(见 5.10.2)；
- 改进了加压离子交换装置(见附录 A,1996 年版的附录 A)；
- 取消了灼烧残渣、重金属二项规格及测定方法(1996 年版的第 4 章、5.3、5.12)；
- 取消了锰的化学分析测定方法(1996 年版的 5.11)。

本标准使用重新起草法参考 ISO 6353-2:1983《化学分析试剂 第 2 部分：规格 第 1 系列》中 R22 “磷酸”编制，与 ISO 6353-2:1983 的一致性程度为非等效。

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化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位：重庆川东化工(集团)有限公司。

本标准参与起草单位：泰州市产品质量监督检验所、广州化学试剂厂。

本标准主要起草人：王禄、乔磊、黄银波、张子良、傅琼莲。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 1282—1977、GB/T 1282—1996。

化学试剂 磷酸

警告——本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况,使用者有责任采取适当的的安全和健康措施。

分子式: H_3PO_4

相对分子质量:98.00(根据 2007 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂磷酸的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂磷酸的检验。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法

GB/T 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法

GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法

GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15346 化学试剂 包装及标志

GB/T 23942—2009 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

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

4 规格

磷酸的规格见表 1。

表 1 磷酸的规格

名 称	优级纯	分析纯	化学纯
含量(H ₃ PO ₄), w/%	≥85.0	≥85.0	≥85.0
色度/黑曾单位	≤10	≤25	≤25
挥发酸(以 H ⁻ 计)/(mmol/g)	≤0.000 2	≤0.000 2	≤0.000 2
氯化物(Cl), w/%	≤0.000 2	≤0.000 3	≤0.000 5
硫酸盐(SO ₄), w/%	≤0.001	≤0.003	≤0.01
硝酸盐(NO ₃), w/%	≤0.000 3	≤0.000 5	≤0.000 5
砷(As), w/%	≤0.000 05	≤0.000 05	≤0.000 1
铁(Fe), w/%	≤0.001	≤0.002	≤0.002
钠(Na), w/%	≤0.025	≤0.05	≤0.06
钾(K), w/%	≤0.003	≤0.005	≤0.006
锰(Mn), w/%	≤0.000 2	≤0.000 2	≤0.000 5
镍(Ni), w/%	≤0.000 3	≤0.000 5	≤0.001
铜(Cu), w/%	≤0.000 3	≤0.000 5	≤0.001
锌(Zn), w/%	≤0.000 5	≤0.001	≤0.001
镉(Cd), w/%	≤0.000 3	≤0.000 5	≤0.000 5
铅(Pb), w/%	≤0.000 5	≤0.001	≤0.001
还原物质(以 H ₃ PO ₃ 计), w/%	≤0.005	≤0.01	≤0.03

5 试验

5.1 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

称取 1.8 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(NaOH)=1 mol/L]滴定至溶液呈浅蓝色。

磷酸的质量分数 w_1 ,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{V \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \cdots \cdots (1)$$

式中:

- V——氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M——磷酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(1/2H_3PO_4)=49.00$];
- m——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.3 色度

按 GB/T 605 的规定测定。

5.4 挥发酸

称取 50 g(30 mL)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,于馏出液上加 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应多于 0.10 mL。

5.5 氯化物

称取 5 g(3 mL)样品,稀释至 20 mL 后,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物(Cl)标准溶液,与样品同时同样处理。

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

5.6 硫酸盐

称取 5 g(3 mL)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。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐(SO_4)标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

优级纯:0.01 mg;分析纯:0.03 mg;化学纯:0.05 mg。

5.7 硝酸盐

称取 5 g(3 mL)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[$c(\text{C}_{15}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2)=0.001 \text{ mol/L}$],在摇动下于 10 s~15 s 内加入 10 mL 硫酸,放置 10 min。溶液所呈蓝色不应浅于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的硝酸盐(NO_3)标准溶液,与样品同时同样处理。

优级纯:0.015 mg;分析纯、化学纯:0.025 mg。

5.8 砷

5.8.1 二乙基二硫代氨基甲酸银法(仲裁法)

称取 4 g(2.4 mL)样品,稀释至 30 mL,注入定砷瓶中后,按 GB/T 610—2008 中 4.2 的规定测定。吸收液所呈紫红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的砷(As)标准溶液,与样品同时同样处理。

优级纯、分析纯:0.002 mg;化学纯:0.004 mg。

5.8.2 砷斑法

称取 4 g(2.4 mL)样品,注入定砷瓶中,按 GB/T 610—2008 中 4.1 的规定测定。溴化汞试纸所呈棕黄色不应深于标准比色试纸。

标准比色试纸的制备是取含下列数量的砷(As)标准溶液,与样品同时同样处理。

优级纯、分析纯:0.002 mg;化学纯:0.004 mg。

5.9 铁

称取 5 g (3 mL) 样品, 稀释至 100 mL。取 10 mL, 用氨水溶液(10%) 调节溶液 pH 值至 2 后, 按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁(Fe) 标准溶液, 稀释至 10 mL, 用盐酸溶液(15%) 调节溶液 pH 值至 2, 与调节后的试液同时同样处理。

优级纯: 0.005 mg; 分析纯、化学纯: 0.010 mg。

5.10 钠、钾、锰、镍、铜、锌、镉、铅

5.10.1 火焰原子吸收光谱法(仲裁法)

5.10.1.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

5.10.1.2 仪器条件

光源: 空心阴极灯。

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)。

火焰: 乙炔-空气。

5.10.1.3 试验溶液的制备

加压离子交换装置参见附录 A。离子交换柱中装有颗粒直径为 0.04 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。交换时, 流速控制在 1.0 mL/min~1.5 mL/min。

称取 10 g (6 mL) 样品, 置于 25 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。打开交换器胶塞, 将 5 mL 样品溶液注入交换器中, 拧紧胶塞, 向交换器中加压(0.1 MPa 以下), 磷酸基体自交换器下端流出并弃去。打开交换器胶塞, 加 5 mL 水, 再加压洗涤交换器中残留的样品并弃去。

打开交换器胶塞, 加入 5 mL 盐酸溶液(10%), 拧紧胶塞, 向交换器中加压(0.1 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。

5.10.1.4 测定方法

5.10.1.4.1 钠

取 1 mL 试验溶液, 稀释至 250 mL, 按 GB/T 9723—2007 中 7.2.1 的规定测定, 结果按其 7.2.3 规定计算。

5.10.1.4.2 钾、锌

取 1 mL 试验溶液, 稀释至 10 mL, 按 GB/T 9723—2007 中 7.2.1 的规定分别测定, 结果按其 7.2.3 规定计算。

5.10.1.4.3 锰、铅

取试验溶液, 按 GB/T 9723—2007 中 7.2.1 的规定分别测定, 结果按其 7.2.3 规定计算。

5.10.1.4.4 镍、铜、镉

取 4 mL 试验溶液,稀释至 10 mL,按 GB/T 9723—2007 中 7.2.1 的规定分别测定,结果按其 7.2.3 规定计算。

5.10.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法

5.10.2.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

5.10.2.2 仪器条件

波长:钠 588.995 nm、钾 766.490 nm、锰 257.610 nm、镍 221.647 nm、铜 324.754 nm、锌 213.856 nm、镉 228.802 nm、铅 220.353 nm。

入射功率:1 150 W。

观测高度:12 mm。

气体流量:载气 0.6 L/min,辅助气 0.5 L/min。

溶液提吸速率:2 mL/min。

分析时间:冲洗时间 30 s,曝光时间 30 s。

5.10.2.3 测定方法

5.10.2.3.1 钠

称取 1 g(0.6 mL)样品,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。取 10 mL,共五份,分别置于 100 mL 容量瓶中。按 GB/T 23942—2009 中 7.3.3 的规定测定,结果按其 7.3.4 规定计算。

5.10.2.3.2 钾

称取 10 g(6 mL)样品,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。取 10 mL,共五份,分别置于 100 mL 容量瓶中。按 GB/T 23942—2009 中 7.3.3 的规定测定,结果按其 7.3.4 规定计算。

5.10.2.3.3 锰、镍、铜、锌、镉、铅

称取 8 g(4.8 mL)样品,共五份,分别置于 100 mL 容量瓶中。按 GB/T 23942—2009 中 7.3.3 的规定测定,结果按其 7.3.4 规定计算。

5.11 还原物质

5.11.1 硫酸银溶液(10 g/L)的制备

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

5.11.2 测定方法

称取 10 g(6 mL)样品,置于 250 mL 烧杯中,加 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),加 40 mL 水,煮沸 15 min,冷却,稀释至原体积,加 2 滴 1,10-菲啰啉-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。

还原物质(以 H_3PO_3 计)的质量分数 w_2 ,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：
V₁——空白试验消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；
V₂——硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；
c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；
M——亚磷酸摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[M(1/2H₃PO₃)=41.00]；
m ——样品质量的数值，单位为克(g)。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

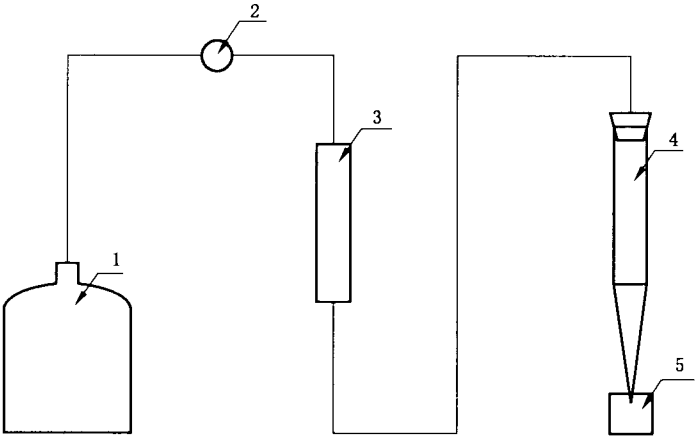
7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮运与运输，并给出标志，其中：
包装单位：第 4 类、第 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、WB-3；
标签：符合 GB 15258 规定，注明“腐蚀性物品”。

附录 A
(资料性附录)
加压离子交换装置

A.1 加压离子交换装置流程

加压离子交换装置流程,见图 A.1。



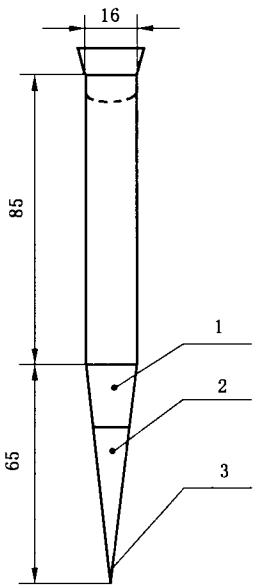
- 说明:
- 1——压缩空气(或氮气)钢瓶;
 - 2——压力表;
 - 3——净化管;
 - 4——加压离子交换器;
 - 5——接收杯。

图 A.1 加压离子交换装置流程

A.2 加压离子交换器

加压离子交换器,材质为聚乙烯,见图 A.2。

单位为毫米



- 说明：
- 1——样品溶液；
 - 2——强酸性阳离子交换树脂；
 - 3——玻璃纤维或玻璃棉。

图 A.2 加压离子交换器

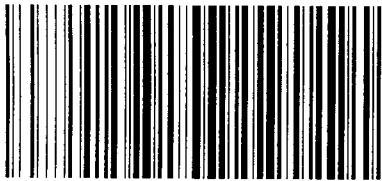
A.3 装柱

在离子交换柱底部装入少许玻璃纤维(高约 15 mm)或玻璃棉(高约 3 mm)并压紧,装入约 1 g 湿的强酸性阳离子交换树脂,按图 A.1 安装好。打开交换器胶塞,加入 10 mL 水于交换器中,拧紧胶塞,向交换器内加压(0.1 MPa 以下),水自交换器底部流出。检查流出的水中无树脂颗粒即可。

A.4 树脂的转型和再生

新树脂装柱后,用 50 mL 盐酸溶液(5%)加压交换,再用水洗至中性。

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。



GB/T 1282-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-49131

定价: 16.00 元