

ICS 71.100.40

G 70

备案号：

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4740—2014

纺织染整助剂 磷酸盐含量的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries—Determination of phosphate content

2014-12-31 发布

2015-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口。

本部分起草单位：浙江理工大学、浙江省检验检疫科学技术研究院、浙江传化股份有限公司。

本部分主要起草人：陈海相、赵珊红、赵梅、赵婷、谢维斌、姜瑞妹、李艳、宁小玉。

纺织染整助剂 磷酸盐含量的测定

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了采用磷钼蓝分光光度法测定纺织染整助剂中总磷酸盐含量的方法。
本标准适用于纺织染整助剂产品中总磷酸盐含量的测定。

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法（mod ISO 3696:1987）

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

样品经湿法消解，将所有磷（包括无机磷和有机磷）全部转化为正磷酸盐，在酸性介质和铋盐存在下正磷酸盐与磷钼酸反应生成磷钼杂多酸，被抗坏血酸还原成磷钼蓝，用分光光度计于 890 nm 处测定，总磷酸盐含量结果以 P_2O_5 （五氧化二磷）的量表示。

4 试剂和材料

若无特别说明，所用试剂均为分析纯，实验室用水符合 GB/T 6682—2008 中三级水的要求。

- 4.1 硝酸。
- 4.2 高氯酸。
- 4.3 硫酸。
- 4.4 硫酸溶液：在不断搅拌下，将 200 mL 硫酸缓慢加入 200 mL 水中。
- 4.5 抗坏血酸溶液：称取 10 g 抗坏血酸，加入 100 mL 水溶解，贮存于棕色玻璃瓶中。该溶液在 4 °C 下避光保存，有效期为 2 周。
- 4.6 钼酸铵溶液：称取 13 g 钼酸铵 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ ，加入 100 mL 水溶解。
- 4.7 酒石酸铋钾溶液：称取 0.35 g 酒石酸铋钾 $[K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot \frac{1}{2}H_2O]$ ，加入 100 mL 水溶解。
- 4.8 混合显色溶液：在不断搅拌下，将钼酸铵溶液（4.6）慢慢加到 300 mL 硫酸溶液（4.4）中，然后加入酒石酸铋钾溶液（4.7），混匀。该溶液在 4 °C 下避光保存，有效期为 2 个月。
- 4.9 磷酸盐标准贮备溶液：磷酸二氢钾在 110 °C ± 2 °C 烘 2 h，在干燥器中冷却后称取 1.917 g（精确至 0.1 mg），加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硫酸溶液（4.4），用水稀释至刻度，混匀。以 P_2O_5 计，此溶液每 1 mL 含 P_2O_5 1.0 mg。
- 4.10 磷酸盐标准工作溶液：精确吸取磷酸盐标准贮备溶液（4.9）1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。以 P_2O_5 计，此溶液每 1 mL 含 P_2O_5 10 μg。
- 4.11 氢氧化钠溶液（6 mol/L）：称取 24 g 氢氧化钠，加入 100 mL 水溶解。
- 4.12 0.5 % 酚酞指示剂：称取 0.5 g 酚酞，加入 100 mL 95 % 乙醇溶解。