

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4440—20XX
代替 HG/T 4440—2012

纺织染整助剂 磷含量的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries—Determination of phosphorus

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替HG/T 4440—2012《纺织染整助剂 磷含量的测定》，与HG/T 4440—2012相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 更改了“试样消解”的称样量以及定容的要求（见 4.4.1，2012 年版的 6.1）；
- 更改了标准曲线的浓度（见 4.4.4，2012 年版的 6.3）；
- 增加了电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES）法测定磷含量的方法（见第 5 章）；
- 增加了测定低限、回收率、精密度的要求（见第 7 章）；

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国石油化工和化学工业联合会提出。

本文件由全国染料标准化技术委员会染整助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件于2012年首次发布，本次为第一次修订。

纺织染整助剂 磷含量的测定

1 范围

本文件规定了纺织染整助剂产品磷含量的测定方法。
本文件适用于纺织染整助剂产品磷含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法一：紫外分光光度法

4.1 原理

用硝酸-高氯酸消解试样，将所含的磷全部转化成正磷酸盐。在酸性介质中，正磷酸盐与钼酸铵反应，在铋盐存在下生成磷钼杂多酸后，立即被抗坏血酸还原，生成蓝色的配合物。用紫外可见分光光度计测定配合物的吸光度，对照标准工作曲线，计算出试样中的磷含量。

4.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682—2008中规定的三级水，试验所用的玻璃器皿均应用稀盐酸或稀硝酸浸泡，水洗净备用。

4.2.1 硫酸。

4.2.2 硝酸。

4.2.3 高氯酸。

4.2.4 硫酸溶液，50 %（体积分数）。

4.2.5 硫酸溶液， $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$ ：量取 27 mL 硫酸（4.1），缓缓注入约 700 mL 水中，冷却，稀释至 1 000 mL。

4.2.6 氢氧化钠溶液，1 mol/L：称取 40 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 1 000 mL。

4.2.7 氢氧化钠溶液，6 mol/L：称取 240 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 1 000 mL。

4.2.8 抗坏血酸溶液，100 g/L：称取 10 g 抗坏血酸溶于水中，并稀释至 100 mL。

注：抗坏血酸溶液储存于棕色试剂瓶内，现配现用。

4.2.9 酒石酸锑钾溶液，3.5 g/L，称取 0.35 g 酒石酸锑钾半水化合物 $[\text{KSbC}_4\text{H}_4\text{O}_7 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$ 于 100 mL 水中，溶解。

4.2.10 钼酸盐溶液，称取 13 g 四水合钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{MoO}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于 100 mL 水中。然后边搅拌边将钼酸铵溶液缓缓注入到 300 mL 硫酸溶液（4.2.4）中，再加入酒石酸锑钾溶液（4.2.9）混合均匀。

4.2.11 磷标准储备溶液, 50 mg/L (以磷计): 称取 110℃条件下干燥 2 h 后, 并在干燥器中冷却的磷酸二氢钾 (0.2197 ± 0.001) g, 用水溶解并转移至 1 000 mL 容量瓶中, 加入约 800 mL 水, 再加 5 mL 硫酸溶液 (4.2.4), 然后用水稀释并定容。

注: 磷标准储备溶液储存于玻璃瓶内, 保质期为6个月;

4.2.12 磷标准工作溶液, 2.0 mg/L (以磷计): 移取 10.0 mL 的磷标准储备溶液 (4.2.11) 于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释并定容。

注: 磷标准工作溶液现用现配。

4.2.13 酚酞指示剂, 10 g/L: 称取 0.5 g 酚酞, 加 50 mL 的 95%乙醇进行溶解。

4.3 仪器设备

试验所用的玻璃器皿均应用稀盐酸或稀硝酸浸泡, 水洗净备用。

4.3.1 紫外可见分光光度计。

4.3.2 分析天平, 感量 0.0 001 g。

4.3.3 移液枪, 根据使用需要, 选择合适的量程范围, 配有—次性枪头。

4.3.4 移液管, 25 mL。

4.3.5 容量瓶, 100 mL、250 mL、1 000 mL。

4.3.6 锥形瓶, 100 mL。

4.3.7 漏斗, 直径为 50 mm。

4.3.8 玻璃珠。

4.3.9 可控温电炉。

4.4 试验步骤

4.4.1 试样消解

警示——试样的消解应在通风柜内进行。高氯酸和有机物的混合物经加热易发生危险, 应将试样先用硝酸预消解, 然后加入硝酸-高氯酸进行消解。消解过程中应确保试样不被蒸干。

准确称取一定质量 (精确至 0.0 001g) 的试样于 100 mL 锥形瓶内, 加数粒玻璃珠, 加 20 mL 水和 5 mL 硝酸 (4.2.2), 加上漏斗在可控温电炉上加热浓缩至约 10 mL, 冷却后加 5 mL 水和 5 mL 硝酸 (4.2.2) 再加热浓缩至 10 mL, 冷却。再加 3 mL 高氯酸 (4.2.3), 继续加热, 直至冒白烟, 瓶壁出现回流状态, 至溶液为 3 mL~4 mL 即可取下, 冷却。在消解的过程中避免用水冲洗, 否则可能导致消解不完全; 待消解完全, 冷却后, 再冲洗锥形瓶壁及漏斗。冲洗完后, 加 1 滴酚酞指示剂 (4.2.13), 再滴加氢氧化钠溶液 (4.2.6 或 4.2.7) 至刚呈微红色, 再滴加硫酸溶液 (4.2.5) 使微红色刚好褪去。

称样量可根据试样中磷含量估计称量, 若无法得知试样中磷含量的估计值, 则称取 0.1 g, 进行预试。对于磷含量较高的试样可在消解后进一步稀释, 使其浓度在线性范围之内。

4.4.2 显色

用滤纸过滤消解液于 100 mL 的容量瓶中, 用水充分冲洗锥形瓶及滤纸, 近刻度时加入 1 mL 抗坏血酸 (4.2.8) 混匀, 30 s 后加入 2 mL 的钼酸盐溶液 (4.2.10), 定容。在 25℃~35℃条件下, 显色 15 min。

注: 如实验室温度未达到要求, 可在25℃~35℃水浴中显色15 min。

4.4.3 测试

以水为参比, 用紫外可见分光光度计在700 nm波长处的标准曲线范围内测试, 并保证在30 min内测试完毕。按照4.4.1~4.4.2的步骤同时做空白实验。

4.4.4 标准曲线的绘制

分别移取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL、25.0 mL 磷标准工作溶液（4.3.12），于 100 mL 容量瓶中，加水至近刻度线近刻度时加入 1 mL 抗坏血酸（4.2.8）混匀，30 s 后加入 2 mL 的钼酸盐溶液（4.2.10），定容。在 25 °C~35 °C 条件下，显色 15 min。按照 4.4.3 的规定进行测定，以吸光度值为纵坐标，以磷浓度为横坐标绘制标准工作曲线。

5 方法二：电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES）法

5.1 原理

将样品在硝酸-过氧化氢（对于含硅样品增加高氯酸）体系中，经微波消解后，将消解液定容。用电感耦合等离子体光谱仪进行测定，计算出样品中的磷含量。

5.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用确认为优级纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水，试验所用的玻璃器皿均应用稀盐酸或稀硝酸浸泡，水洗净备用。

5.2.1 硝酸。

5.2.2 氢氟酸。

5.2.3 过氧化氢，约为 30%（质量分数）。

5.2.4 硝酸溶液，2%（体积分数）：取 3 mL 硝酸用水稀释至 100 mL。

5.2.5 磷标准溶液，100 mg/L：市售有证标准物质。

注：市售标准品保存环境和有效期参见相关证书。

5.3 仪器设备

5.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪；

5.3.2 微波消解仪，带程序温度控制功能，配聚四氟乙烯消解罐；

5.3.3 分析天平，感量 0.0 001g；

5.3.4 可控温石墨电热板，最高工作温度不小于 200 °C；

5.4 试验步骤

5.4.1 试样的处理

准确称取约 0.3 g 的试样（精确到 0.0 001g）置于微波消解用聚四氟乙烯罐中，分别加入 4 mL 硝酸（5.2.1）和 1 mL 过氧化氢（5.2.3），对于含硅的样品，多加入 1 mL 的氢氟酸（5.2.2）。将消解罐晃动几次，使样品充分浸没。在可控温石墨电热板上（100±2）°C 加热 20 min 取下，冷却。把预处理好的消解罐放入外罐内，加盖密封后，置于微波炉内于（180±2）°C 微波消解 10 min。取出消解罐冷却至室温。再在可控温石墨加热板上中以（100±2）°C 加热 30 min，驱除样品中多余的氮氧化物。将赶酸后的试样转移至 50 mL 容量瓶中，并用水洗涤消解罐 3 次，合并洗涤液用水定容至 50 mL，待测。

注：可根据实际消解情况和仪器型号区别对消解时间和温度稍作调整。

5.4.2 分析方法

5.4.2.1 分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出光谱分析的通用参数，以下列出的参数已被证明对测试是合适的：

表1 仪器工作条件

功率	1 300 w	雾化器类型	玻璃同心雾化器
冷却器流量	15.0 L/min	泵速	1.5 L/min
辅助气流量	0.2 mL/min	分析波长	213.617 nm
雾化器流量	0.55 mL/min		

5.4.2.2 标准曲线的绘制

分别吸取一定体积磷标准溶液（5.2.5）于100 mL容量瓶，用硝酸溶液（2%）稀释至刻度，定容。配制成浓度分别为0 mg/L，0.05 mg/L，0.1 mg/L，0.2 mg/L，0.5 mg/L，1.0 mg/L的标准工作溶液。按照5.4.2.1的规定进行测定，以发射光强度值为纵坐标，以磷浓度为横坐标绘制标准工作曲线。

注：标准工作溶液于0℃~4℃下避光储存于聚酯塑料瓶，有效期3个月。

5.4.2.3 测定步骤

在5.4.2.1分析条件下，测定试样溶液（5.4.1）中磷元素的光谱强度，从标准工作曲线上计算出磷元素的浓度。

5.4.3 空白试验

除不加试样外，其余步骤按5.4.1~5.4.2进行。

6 试验数据处理

6.1 结果计算

试样中磷含量以 X 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按式（1）计算：

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times f}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c_1 ——试样溶液中的磷浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 ——空白溶液中的磷浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——定容体积的数值，单位为毫升（mL）；

f ——稀释因子；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

6.2 结果表示

计算结果以两次平行测定结果值的算术平均值表示，按GB/T 8170—2008中的4.3.3修约值比较法进行修约，表示到小数点后一位。

7 测定低限、回收率、精密度

7.1 测定低限

本文件紫外分光光度法的测定低限为20.0 mg/kg，电感耦合等离子体发射光谱法的测定低限为 5 mg/kg。

7.2 回收率

本文件紫外分光光度法的回收率为 85.0%~110.0%，电感耦合等离子体发射光谱法的回收率为 85%~115%。

7.3 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的20%，以大于这两个测定值的算术平均值20%的情况不超过5%为前提。

8 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- a) 试样来源及描述；
 - b) 本文件编号；
 - c) 所用测试方法
 - d) 与本文件的差异；
 - e) 试验中出现的异常情况；
 - f) 试验结果；
 - g) 试验日期。
-