



中华人民共和国国家标准

GB 7816—1998

工 业 黄 磷

Yellow phosphorus for industrial use

1998-10-19 发布

1999-04-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准等效采用俄罗斯标准 ГОСТ 8986—1982《工业黄磷技术条件》，对 GB 7816—1987《工业黄磷》进行修订。

本标准与 ГОСТ 8986—1982 的主要差异：

- 1 ГОСТ 8986—1982 分三级，本标准分成二级：优等品和一等品。
- 2 ГОСТ 8986—1982 设四项指标，本标准根据生产厂和用户要求设三项指标，不设矿渣含量指标。

本标准与原国家标准的主要差异：

- 1 将指标分为优等品和一等品。
- 2 砷含量的分析方法等同采用 GB/T 7686—1987《化工产品中砷含量测定的通用方法》国家标准，并作为标准提示的附录。
- 3 取消了钢瓶包装。

本标准自实施之日起，代替 GB 7816—1987。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部无机盐产品标准化技术归口单位归口。

本标准起草单位：化工部天津化工研究院、南京化学工业集团有限公司磷肥厂、云南昆阳磷肥厂、三门峡化工厂、贵州金沙黄磷厂、湖北兴发化工集团股份有限公司、贵州黔南州磷酸盐化工厂。

本标准主要起草人：杨承荫、龚荣林、李 杰、郭智民、赵连芳、黄惠宁、卢美相、李光明。

本标准于 1987 年 6 月首次发布。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国国家标准

GB 7816—1998

工业黄磷

代替 GB 7816—1987

Yellow phosphorus for industrial use

1 范围

本标准规定了工业黄磷的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以磷矿石为原料用电炉法制得的工业黄磷。该产品主要用于制取赤磷、磷的硫化物、磷的氯化物以及磷酸等产品。

分子式:P 或 P_4

相对分子质量:30.97 或 123.9(按 1995 年国际相对原子质量)

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为本标准的条文。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 190—1990 危险货物包装标志

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 325—1991 包装容器 钢桶

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 7686—1987 化工产品中砷含量测定的通用方法(eqv ISO 2590:1973)

3 要求

工业黄磷应符合表 1 要求。

表 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
黄磷含量,% 在苯中 在二硫化碳中	≥ 99.90 99.90	99.50 —
不溶物含量,% 在苯中 在二硫化碳中	≤ 0.10 0.10	0.50 —

国家质量技术监督局 1998-10-19 批准

1999-04-01 实施

4 试验方法

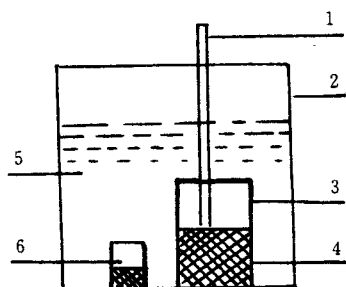
本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

警示:试验中使用的黄磷、苯等试剂为毒害品,操作时应小心。

4.1 样品外观由目视确定。

4.2 试样的制备:利用图 1 的装置制备试样。

戴好橡胶手套,将装有黄磷的样品杯放入水浴缸中(见图 1)加热至约 70℃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,贮存于装有水的广口瓶中,备用。



1—采样管;2—水浴槽;3—样品杯;4—黄磷层;5—热水;6—瓷坩埚(15 mL)

图 1 试样制备装置

4.3 黄磷含量的测定

4.3.1 以质量百分数表示的黄磷含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = 100 - X_3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: X_3 ——苯不溶物含量,按 4.4 条的规定测定。

4.3.2 以质量百分数表示的黄磷含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = 100 - X_4 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_4 ——二硫化碳不溶物含量,按 4.5 条的规定测定。

4.4 苯不溶物含量的测定

安全提示:此项试验操作,应在通风橱中进行。

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 试剂和材料

4.4.2.1 苯。

4.4.2.2 无水乙醇。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 玻璃砂坩埚:孔径为 5~15 μm 。

4.4.3.2 电烘箱:温度能控制在 105~110℃。

4.4.3.3 恒温水浴。

4.4.4 分析步骤

用镊子夹取约 3~5 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。

将在 105~110℃ 烘至恒重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。吸出部分苯溶液,停止抽滤(黄磷试样必须浸入在苯中)。再加入至沸的苯,溶解后抽滤。这样反复操作,直至黄磷全部溶解滤净,以滤液滴在滤纸上挥发后不冒白烟为止。将洗好的玻璃砂坩埚于室温下,待苯全部挥发后,放在 105~110℃ 的烘箱中,烘至恒重。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的苯不溶物含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m_4 - m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚的质量, g;

m_2 ——玻璃砂坩埚与残渣干燥后的质量, g;

m_3 ——装有水的称量瓶的质量, g;

m_4 ——装有水的称量瓶与黄磷试样的质量, g。

4.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,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

安全提示:此项试验操作,应在通风橱中进行。

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 试剂和材料

4.5.2.1 二硫化碳。

4.5.2.2 无水乙醇。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 玻璃砂坩埚:孔径为 5~15 μm 。

4.5.3.2 电烘箱:温度能控制在 105~110℃。

4.5.4 分析步骤

用镊子夹取约 3~5 g 试样,迅速用滤纸吸干试样表面附着的水分,置于盛有乙醇的 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。

将在 105~110℃ 烘至恒重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,以滤液滴在滤纸上,挥发后不冒白烟为止。将洗好的玻璃砂坩埚于室温下,待二硫化碳全部挥发后,放在 105~110℃ 的烘箱中,烘至恒重。

4.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的二硫化碳不溶物含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_2 - m_1}{m_4 - m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚的质量, g;

m_2 ——玻璃砂坩埚与残渣干燥后的质量, g;

m_3 ——装有水的称量瓶的质量, g;

m_4 ——装有水的称量瓶与黄磷试样的质量, g。

4.5.6 允许差

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

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 100 t。

5.3 按照 GB/T 6678—1986 的 6.6 的规定确定采样单元数。每一钢桶为一包装单元。当用槽罐包装时,从每一槽罐中采样。采样时,将钢桶或槽罐中的黄磷加热熔融,将采样器(图 2 所示)锥形阀打开,垂直插入到料层的底部,关闭锥形阀,停留片刻提起采样器,将管中试样放入盛有热水的样品杯中(样品杯可用容积为 1 000 mL 的搪瓷杯),样品杯置于装有热水的金属桶中,采样量不应少于 500 g。内盛黄磷的样品杯上应粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名,并注明“有毒”和“自燃”字样。

5.4 工业黄磷应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验,生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求。

检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的采样单元数的包装中采样复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

5.5 采用 GB 1250—1989 的 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

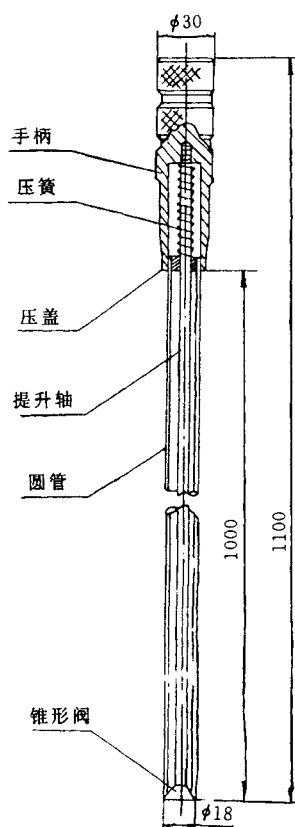


图 2 黄磷取样器结构

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业黄磷包装袋桶上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号,以及 GB 190—1990 中规定的图 7“自燃物品”标志、图 11“有毒品”标志和 GB 191—1990 中规定的标志 3“向上”标志(铁桶包装)、标志 1“小心轻放”标志。

6.2 每批出厂的工业黄磷都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 工业黄磷用闭口钢桶或槽罐液体灌装,采用钢桶包装,其性能和检验方法应符合 GB/T 325 的有关规定。该产品每桶净含量 200 kg。槽罐包装每罐净含量 2 000 kg。

黄磷罐装前后,黄磷上面应有一层水,其厚度不小于 5 cm,另外自由空间应占总体积的 5%以上。

6.4 工业黄磷运输过程中应按照《危险货物运输规则》的要求进行运输。

6.5 工业黄磷应贮存在有水的包装容器中,容器应密闭,黄磷浸入水中。

7 安全要求

7.1 测定黄磷后的苯和二硫化碳溶液进行燃烧处理,燃烧的场地应远离居民住宅、公共建筑物、道路、农田作物 1 km 以上。燃烧场地应挖成沟。点火用的火把绑在 3~4 m 长的杆子上。

7.2 为了回收溶剂,将溶有磷的有机溶液剧烈搅拌下用硫酸铜饱和溶液进行处理,直到有机相中的烟雾消失为止。此时的磷变成无危险的化合物而沉淀下来,分出有机层,过滤后进行蒸馏提纯。此操作应在通风橱中进行。

7.3 每个接触黄磷的工作人员必须懂得中毒时的急救方法。

发生急性黄磷中毒时,要用 0.2%的高锰酸钾溶液或 1%的硫酸铜溶液反复洗胃,直到洗水中的黄磷气味消失为止。不得给中毒者吃奶、脂肪等食品,因为这些食品溶解黄磷,从而导致黄磷渗入机体。

皮肤被黄磷烧伤时,应立即用大量的水冲洗烧伤部位,然后在水洗下用木刮片小心地将黄磷除净,切勿再使黄磷进入伤口。消除黄磷时要在暗处进行,完全避光。若用化学方法除磷,可用 0.2%的高锰酸钾溶液清洗烧伤部位。

黄磷落入眼内时,应立即用大量水冲洗,并送医院治疗。

被黄磷烧着的衣服须用水浇灭,并在水浇时脱下或在浴盆内的水中脱下,否则,黄磷可能透过衣服,将皮肤烧伤。

在被黄磷沾染的任何情况下,都必需送医疗部门处理。

附录 A

(提示的附录)

砷 的 测 定

本测定方法等同采用国家标准 GB/T 7686—1987《化工产品中砷含量测定的通用方法》。

用户对砷含量有要求时按本方法测定,其指标参数由供需双方议定。

A1 方法提要

见 GB/T 7686—1987 第 2 章。

A2 试剂和材料

见 GB/T 7686—1987 第 3 章。

A3 仪器、设备

见 GB/T 7686—1987 第 4 章。

A4 分析步骤

A4.1 试验溶液的制备

称取 2~3 g 黄磷试样,精确至 0.01 g。将试样置于盛有 70 mL(7+5)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(1+2)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。

A4.2 空白试验溶液的制备

在制备试验溶液的同时,除不加试料外,其他操作和加入的试剂量与试验溶液同时同样处理。

A4.3 标准曲线的绘制

按 GB/T 7686—1987 的 5.3 的规定进行操作。

A4.4 测量

用移液管移取 5 mL 试验溶液和空白溶液,分别置于砷化氢发生瓶中,各加 10 mL(1+2)盐酸溶液,加水至体积约为 40 mL。然后按 GB/T 7686—1987 的 5.4 的“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。

A4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的砷(As)含量(X)按下式计算:

$$X = \frac{m_2 - m_1}{(m_4 - m_3) \times \frac{5}{250}} \times 100 = \frac{5\,000 \times (m_2 - m_1)}{m_4 - m_3}$$

式中: m_1 ——从标准曲线上查得空白试验溶液中砷的质量, g;

m_2 ——从标准曲线上查得试验溶液中砷的质量, g;

m_3 ——装有水的称量瓶的质量, g;

m_4 ——装有水的称量瓶与黄磷试样的质量, g。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 黄 磷

GB 7816—1998

*

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 13 千字

1999年5月第一版 1999年5月第一次印刷

印数 1—600

*

书号: 155066·1-15678 定价 10.00 元

*

标 目 371—23



GB 7816—1998