前　言

本标准是对 GB 436—80《磷化锌》的修订。

本标准修订要点如下：

规定了极限数值的处理采用修约值比较法。

取消了检验规则一章，将其主要内容“抽样”和“检验规则”作为两条，分别放在试验方法一章的开头和结尾；

部分标题做了改变：“主题内容与适用范围”改为“范围”，“技术要求”改为“要求”，“检验方法”改为“试验方法”，“标志、包装、运输、贮存”改为“标志、标签、包装、贮运”。在最后一章，补充了有关“安全”和“保证期”的内容。

因原标准检验方法中的乙法误差较大，故将此法取消，只保留甲法（仲裁法），放在本标准试验方法中。

本标准自实施之日起，代替 GB 436—80。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院归口。

本标准起草单位：山东济宁化工实验厂。

本标准主要起草人：滑培临、伊茂清。

中华人民共和国化工行业标准

HG 2855—1997

磷化锌原药

代替 GB 436—80

Zinc phosphide technical

磷化锌的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Zinc phosphide

CIPAC 数字代号：69

实验式：Zn_3P_2

相对分子质量：258.06(按 1993 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀鼠

稳定性：常温、常压下稳定，但遇酸后迅速分解，释放出剧毒的磷化氢气体。

1 范围

本标准规定了磷化锌原药的要求、试验方法、以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于磷化锌及其生产中产生的杂质组成的磷化锌原药。

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，使用本标准的各方都应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—79(89) 商品农药采样方法

GB 3796—83 农药包装通则

GB/T 16150—1995 农药粉剂可湿性粉剂细度测定方法

3 要求

3.1 外观：深灰色粉末。

3.2 磷化锌原药应符合表 1 要求。

表 1 磷化锌原药控制项目指标 %

项目		指标	
		一等品	合格品
磷化锌含量	≥	90.0	80.0
细度(通过 150 μm 筛)	≥	99.5	

4 试验方法

4.1 抽样

中华人民共和国化学工业部 1997-03-11 批准　　1998-01-01 实施

按照 GB/T 1605 中“原药采样”方法进行。用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于 250 g。

4.2 磷化锌含量的测定

4.2.1 方法原理

试样与稀硫酸作用，产生的磷化氢气体通过一系列的吸收瓶，被一定量（过量）的高锰酸钾溶液吸收，然后在酸性条件下加入一定量（过量）草酸标准溶液，过量的草酸用高锰酸钾标准溶液滴定，从而计算磷化锌的含量。反应式如下：

$$Zn_3P_2+3H_2SO_4 \longrightarrow Zn_3(SO_4)_3+2PH_3$$

$$5PH_3+8KMnO_4+12H_2SO_4 \longrightarrow 4K_2SO_4+8MnSO_4+5H_3PO_4+12H_2O$$

$$2KMnO_4+5H_2C_2O_4+3H_2SO_4 \longrightarrow 2MnSO_4+K_2SO_4+8H_2O+10CO_2$$

4.2.2 试剂和溶液

硫酸溶液（V/V）：1＋9；

硫酸溶液（V/V）：1＋1；

草酸-硫酸溶液：100 mL（1＋1）硫酸与 300 mL 0.5 mol/L 草酸标准溶液混合；

草酸标准溶液：$c(1/2H_2C_2O_4)=0.5$ mol/L；

高锰酸钾标准滴定溶液：$c(1/5KMnO_4)=0.5$ mol/L；

以上溶液均按 GB/T 601 中规定配制；

氮气。

4.2.3 仪器

恒温水浴：50℃±5℃；

反应瓶：250 mL；

吸收瓶：250 mL。

4.2.4 测定步骤

称取 0.6 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 150 mL 烧杯中，加入 50～70 mL 水，用无灰滤纸（预先用酸洗过，再用水洗至中性）过滤。沉淀用水洗涤 5 次，每次用 10～15 mL；将沉淀及滤纸小心转移至 250 mL反应瓶 2 中，用移液管吸取 0.5 mol/L 的高锰酸钾标准滴定溶液 100 mL、50 mL、50 mL，分别注入 250 mL 吸收瓶 4、5、6 中，然后将整个系统按图连接起来，并将反应瓶置于 50℃±5℃恒温水浴 3 中（见图 1）。

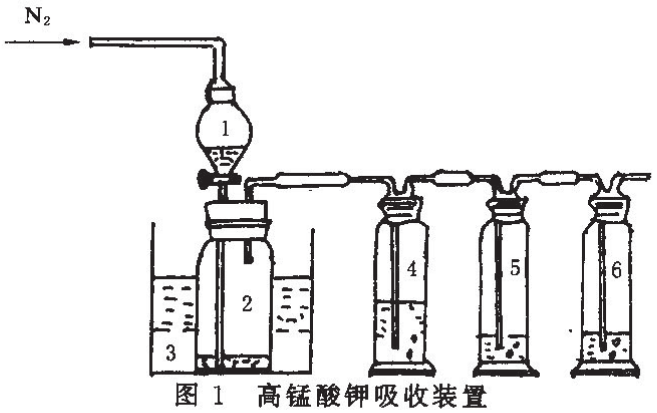


图 1 高锰酸钾吸收装置

在分液漏斗 1 中，加入 1＋9 硫酸溶液 100 mL，并在 10～15 min 内加入反应瓶中，调节氮气压力，使气泡连续而稳定，继续反应 2 h，然后卸下仪器，将吸收瓶 4、5、6 中的溶液全部转移至 800 mL 烧杯中，准确用 225 mL 草酸-硫酸标准溶液冲洗吸收瓶及导管，使沉淀全部溶解，再用水洗，洗液均并入烧杯中，加热至 50℃用 0.5 mol/L 高锰酸钾标准滴定溶液滴至微红色即为终点。

4.2.5 计算

用质量百分数表示的磷化锌含量 X 按式(1)计算：

$$X = \frac{(c_1V_1 - c_2V_2 + c_1V_3) \times 0.016\,14}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：c_1——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

c_2——草酸标准溶液的实际浓度，mol/L；

V_1——加入高锰酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

V_2——加入草酸标准溶液的体积，mL；

V_3——回滴时消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

m——试样的质量，g；

0.016 14——与 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液〔$c(1/5KMnO_4)=1.000$ mol/L〕相当的以克表示的磷化锌的质量。

4.2.6 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 1.0%。

4.3 细度的测定

按 GB/T 16150 中的干筛法进行。

4.4 产品检验与验收

应符合 GB/T 1604 有关规定。极限数值处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 磷化锌原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 中的有关规定，并应有商标和生产许可证号。

5.2 磷化锌内包装为双层塑料袋并热合密封，质量不超过 1 kg，外包装为铁桶、纸桶、木箱或纸箱，每箱净重不超过 25 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议，可以采用其他形式的包装，但要符合 GB 3796 的有关规定。

5.4 包装件应贮存在通风、干燥的库房内，在贮运时严防日晒和潮湿，不得与食物、种子、饲料混放，不得与酸性物质混放接触，避免与皮肤、眼睛接触，防止误食及由口鼻吸入。

5.5 本品是一种剧毒的杀鼠剂，吞噬或吸入均有毒。使用本品时应带防毒手套及口罩，避免用手直接接触，施药后及时用肥皂洗净手脸，被毒死的老鼠及时收集深埋，避免第二次中毒，未被吞噬的毒饵及时收集处理，避免误被其他动物吞噬。如发生误服中毒现象，应立即送医院诊治，用 0.1%硫酸铜催吐洗胃，内服轻泻盐(硫酸钠 25 g)，注射阿托品和解磷定，并对症治疗，采取必要的心、肝、胃的保护措施。

5.6 保证期：在规定的贮运条件下，磷化锌原药的保证期从生产日期算起，为 2 年。