

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2517-93

工业磷酸三钠

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业磷酸三钠的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以纯碱、烧碱中和磷酸，经结晶而制得的磷酸三钠。该产品主要用作软水剂、锅炉清洗剂 and 洗涤剂，也用作非金属防锈剂、织物丝光增强剂等方面。

分子式： $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：380.12(按1989年国际相对原子质量)

2 引用标准

- GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- 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 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 604 化学试剂 酸碱指示剂 pH 变色域测定通用方法
- GB/T 610.1 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)
- GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法
- GB/T 3050 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 8946 塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观：白色或微黄色结晶

3.2 工业磷酸三钠应符合下表要求。

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
磷酸三钠(以 $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 计)含量, %	≥ 98.5	98.0	95.0
甲基橙碱度(以 Na_2O 计), %	16.5~19.0	16.0~19.0	15.5~19.0
不溶物含量, %	≤ 0.05	0.10	
硫酸盐(以 SO_4 计)含量, %	≤ 0.50	0.80	
氯化物(以 Cl 计)含量, %	≤ 0.30	0.40	0.50

中华人民共和国化学工业部 1993-09-08 批准

1994-07-01 实施

续表

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
铁(Fe)含量, %	≤ 0.01	—	—
砷(As)含量, %	≤ 0.005	—	—

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其它要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

4.1 磷酸三钠含量的测定

4.1.1 方法提要

在酸性介质中,试验溶液中的磷酸根全部与加入的沉淀剂喹钼柠酮形成沉淀,通过过滤烘干,称量计算出磷酸三钠的含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 硝酸(GB 626)1+1溶液;

4.1.2.2 喹钼柠酮溶液的制备:

- a. 称取70 g 钼酸钠(HG 3—1087)溶解于100 mL 水中;
- b. 称取60 g 柠檬酸(GB 9855)溶解于150 mL 水和85 mL 硝酸(GB 626)中;
- c. 在搅拌下将溶液 a 倒入溶液 b 中;
- d. 在100 mL 水中加入35 mL 硝酸(GB 626)和5 mL 喹啉;
- e. 将溶液 d 倒入溶液 c 中。放置12 h 后,用坩埚式过滤器过滤,再加入280 mL 丙酮(GB 686),用水稀释至1 000 mL,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

4.1.3 仪器、设备

4.1.3.1 坩埚式过滤器:孔径为5~15 μm;

4.1.3.2 电烘箱:温度能控制在180±5℃或250±10℃。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试验溶液的制备

称取约5 g 试样,精确至0.000 2 g,置于烧杯中,用水溶解后全部移入250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤于锥形瓶中(弃去最初20 mL 滤液)备用。

4.1.4.2 测定

用移液管移取10 mL 试验溶液置于400 mL 烧杯中,加10 mL 硝酸溶液和90 mL 水,加50 mL 喹钼柠酮溶液,盖上表面皿,在电热板上或水浴中加热至烧杯内的物质达到±5℃,保温30 s(在加入试剂和加热过程中不得使用明火,不得搅拌,以免凝结成块)。取出并冷却至室温,冷却过程中搅拌3~4次。用预先在180±5℃或250±10℃下烘至恒重过的坩埚式过滤器抽滤。先将上层清液过滤,以倾泻法用洗瓶冲洗沉淀6次,每次用水约30 mL,最后将沉淀移入坩埚式过滤器中过滤,再用水洗涤沉淀4次,将坩埚式过滤器连同沉淀置于电烘箱中,从温度稳定计时,温度控制在180±5℃干燥45 min 或温度控制在250±10℃干燥15 min。取出稍冷后,置于干燥器中冷却至室温,称量。同时做空白试验。

4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸三钠(以 $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 计)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1717}{m \times \frac{10}{250}} \times 100$$

$$= \frac{429.2(m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中： m_1 ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量，g；
 m_2 ——空白试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量，g；
 m ——试料的质量，g；

0.1717——磷钼酸喹啉换算成磷酸三钠的系数。

4.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

4.2 甲基橙碱度的测定

4.2.1 方法提要

试验溶液呈碱性，用盐酸标准滴定溶液滴定，通过盐酸标准滴定溶液的消耗量，计算出碱度。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氯化钠(GB 1266)；

4.2.2.2 盐酸(GB 622)： $c(\text{HCl})$ 约为0.5 mol/L 标准滴定溶液；

4.2.2.3 甲基橙：1 g/L 指示液；

4.2.2.4 无二氧化碳的水。

4.2.3 分析步骤

称取约2 g 试样，精确至0.000 2 g，置于250 mL 锥形瓶中，加50 mL 无二氧化碳的水和5 g 氯化钠，溶解后滴加2滴甲基橙指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至橙色为终点。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的甲基橙碱度(以 Na_2O 计)(X_2)按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{V \cdot c \times 0.03099}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中： V ——滴定消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试料的质量，g；

0.03099——与1.00 mL 盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl})=1.000$ mol/L]相当的，以克表示的氧化钠的质量。

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

4.3 不溶物含量的测定

4.3.1 方法提要

将试样溶解于水中，用盐酸调节溶液至 pH6.8，用坩埚式过滤器过滤。通过烘干，称量，计算出不溶物含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸(GB 622)溶液：1+1；

4.3.2.2 苯酚红(HG 3—959)：0.4 g/L 指示液，按 GB 604表8制备。

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 坩埚式过滤器：孔径为5~15 μm ；

4.3.3.2 电烘箱：温度能控制在105~110℃下工作。

4.3.4 分析步骤

称取约25 g 试样,精确至0.01 g,置于500 mL 烧杯中,加400 mL 水和10 mL 盐酸溶液,加热溶解后,加2 mL 苯酚红指示液,滴加盐酸溶液至溶液变为黄色(pH 约为6.8)。重新加热至沸,趁热将不溶物全部转移到在105~110℃下恒重的坩埚式过滤器过滤。用热水洗涤不溶物和过滤器10次,每次20 mL 水。将坩埚式过滤器连同不溶物置于电烘箱中,在105~110℃干燥至恒重。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的不溶物含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 —— 不溶物的质量, g;

m —— 试料的质量, g。

4.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.01%。

4.4 硫酸盐含量的测定

4.4.1 方法提要

在盐酸介质中,试样中硫酸根与加入的氯化钡形成沉淀。通过过滤、烘干、称量计算出硫酸盐的含量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 氯化钡(GB 652):50 g/L 溶液;

4.4.2.2 盐酸(GB 622):1+1溶液;

4.4.2.3 盐酸(GB 622):1+59溶液;

4.4.2.4 硝酸银(GB 670):17 g/L 溶液;

4.4.2.5 甲基橙1 g/L 指示液。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 坩埚式过滤器:孔径5~15 μm ;

4.4.3.2 电烘箱:温度能控制在 $180 \pm 5^\circ\text{C}$ 下工作。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 试验溶液的制备

称取约20 g 试样,精确至0.002 g,置于烧杯中,用水溶解后移入250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤于锥形瓶中(弃去最初20 mL 溶液)备用。

4.4.4.2 测定

用移液管移取100 mL 试验溶液置于500 mL 烧杯中,加2滴甲基橙指示液,滴加盐酸溶液(4.4.2.2)呈红色,再过量15 mL。加水至溶液体积约350 mL,加热至沸,在不断搅拌下滴加30 mL 热的氯化钡溶液,在沸水浴中保温1 h。用于 $180 \pm 5^\circ\text{C}$ 恒重的坩埚式过滤器过滤。先将上层清液过滤,以倾泻法用盐酸溶液(4.4.2.3)洗涤沉淀3次,将沉淀全部转移到坩埚内,再洗坩埚内壁3次,每次约用10 mL 洗液,最后用热水洗涤沉淀和坩埚至滤液无氯离子(用硝酸银溶液检验),将坩埚式过滤器连同沉淀置于 $180 \pm 5^\circ\text{C}$ 电烘箱中烘至恒重。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸盐(以 SO_4 计)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 \times 0.4116}{m \times \frac{100}{250}} \times 100$$

$$= \frac{102.9m_1}{m} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 —— 硫酸钡沉淀的质量, g;

m —— 试料的质量, g;

0.411 6 —— 硫酸钡换算为硫酸根的系数。

4.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

4.5 氯化物含量的测定

4.5.1 方法提要

同 GB/T 3050 第2条。

4.5.2 试剂和材料

同 GB/T 3050 第4条。

4.5.3 仪器、设备

同 GB/T 3050 第3条。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 试验溶液的制备

称取约10 g 试样, 精确至0.01 g, 用水溶解后移入100 mL 容量瓶中并稀释至刻度, 摇匀, 干过滤于锥形瓶中(弃去最初20 mL 滤液)备用。

4.5.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外, 其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同, 并与试样同时进行同样处理。

4.5.4.3 测定

根据试样中氯化物含量, 用移液管移取1.0~5.0 mL 试验溶液和相应的水, 分别置于50 mL 烧杯中, 各加1滴溴酚蓝指示液, 用硝酸溶液调节试验溶液恰呈黄色, 加乙醇, 使乙醇与所取试验溶液的体积之比为3:1, 总体积不大于40 mL。选用硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 0.005 \text{ mol/L}$] 进行滴定, 并按 GB/T 3050 第4.7.3条“放入电磁搅拌子”开始, 但不再一次加入4 mL 硝酸银标准滴定溶液。

4.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 Cl 计)含量 (X_5) 按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{(V_4 - V_5) \cdot c \times 0.03545}{m \times \frac{V_6}{100}} \times 100$$

$$= \frac{354.5c \cdot (V_4 - V_5)}{m \cdot V_6} \dots\dots\dots (5)$$

式中: V_4 —— 滴定试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V_5 —— 滴定空白试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V_6 —— 滴定中所取试验溶液的体积, mL;

c —— 硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m —— 试料的质量, g;

0.035 45 —— 与1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的, 以克表示的氯的质量。

4.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于0.01%。

4.6 铁含量的测定

4.6.1 方法提要

同 GB/T 3049 第2条。

4.6.2 试剂和材料

同 GB/T 3049 第3条。

4.6.3 仪器、设备

同 GB/T 3049 第4条。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049 第5.3条的规定,使用3 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

4.6.4.2 试验溶液的制备

称取约1.0 g 试样,精确至0.01 g,置于100 mL 容量瓶中,加水至约60 mL,用盐酸溶液调节溶液 pH 接近2(用精密 pH 试纸检验)。

4.6.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时进行同样处理。

4.6.4.4 测定

在试验溶液和空白试验溶液中,分别加2.5 mL 抗坏血酸溶液、10 mL 缓冲溶液、5 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

选用3 cm 吸收池,按 GB/T 3049 第5.4条的规定测量吸光度,根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

4.6.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_6)按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: m_1 ——试验溶液中铁的质量,g;

m_2 ——空白试验溶液中铁的质量,g;

m ——试料的质量,g。

4.6.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.002%。

4.7 砷含量的测定

4.7.1 方法提要

同 GB/T 610.1 第3条。

4.7.2 试剂和材料

同 GB/T 610.1 第4条以及

4.7.2.1 砷标准溶液:1 mL 溶液含有0.001 0 mgAs 液:

用移液管移取1.0 mL 按 GB/T 602配制的砷标准溶液,置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前制备。

4.7.3 仪器、设备

同 GB/T 610.1 第5条。

4.7.4 分析步骤

称取0.1 g 试样,精确至0.01 g,置于广口瓶中,以下操作按 GB/T 610.1 第6条规定的方法进行测定。

砷标准色斑的制备:用移液管移取5 mL 砷标准溶液,置于广口瓶中,与试样同时同样处理。

5 检验规则

5.1 本标准中所列的全部技术指标项目为型式检验项目,其中磷酸三钠、甲基橙碱度、不溶物、硫酸盐、氯化物五项为出厂检验项目,在正常生产情况下,3个月至少进行一次型式检验。

5.2 工业磷酸三钠应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂

的工业磷酸三钠产品都符合本标准要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明以及本标准编号。

5.3 使用单位有权按照本标准的规定,对所收到的工业磷酸三钠进行验收。

5.4 每批产品不超过60 t。

5.5 按照 GB/T 6678 中第 6.6 条规定确定采样单元数。采样时,应将采样器自包装单元的中心,垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采得样品充分混匀后以四分法缩分至 500 g,分装于两个干燥、清洁带磨口塞的瓶中密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存二个月备查。

5.6 检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验。核实验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品不能验收。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,应按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

5.8 本标准采用 GB 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业磷酸三钠的包装袋上应印有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期及本标准编号。

6.2 工业磷酸三钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸 950 mm×500 mm,厚度为 0.08 mm 或 750 mm×400 mm,厚度为 0.08 mm;外包装采用塑料编织袋,规格尺寸 800 mm×450 mm 或 600 mm×350 mm,其性能和检验方法应符合 GB 8946 B 型的规定。工业磷酸三钠每袋净重 50 kg 或 25 kg。

6.3 工业磷酸三钠的包装,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。针距 7~12 mm,缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。

6.4 运输过程中应有遮盖物,防止雨淋。

6.5 工业磷酸三钠应贮存在阴凉干燥处,防止雨淋、日晒。

附加说明:

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天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院和云南昆明磷肥厂负责起草。

本标准主要起草人李光明、陆思伟、周吉光、刘建国。

本标准参照采用日本标准 JIS K 1437—56(88年确认)《磷酸钠》。

自本标准实施之日起,原国家标准 GB 1607—79《工业磷酸三钠》作废。