

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2519-93

## 工业六聚偏磷酸钠

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业六聚偏磷酸钠(又名六偏磷酸钠)的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业六聚偏磷酸钠。该产品主要用作粘接剂、浮选剂、分散剂等。

分子式:  $(\text{NaPO}_3)_6$ 。

### 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 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 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 8947 复合塑料编织袋

### 3 技术要求

3.1 外观:白色粉状或粒状。

3.2 工业六聚偏磷酸钠应符合下表要求。

项 目	指 标	
	一等品	合格品
总磷酸盐(以 $\text{P}_2\text{O}_5$ 计)含量, %	$\geq 68.0$	65.0
非活性磷酸盐(以 $\text{P}_2\text{O}_5$ 计)含量, %	$\leq 7.5$	10.0
水不溶物含量, %	$\leq 0.05$	0.15
铁(Fe)含量, %	$\leq 0.05$	0.20
pH(10g/L)	5.8~7.0	
溶解性	合格	

### 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。

中华人民共和国化学工业部 1993-09-08批准

1994-07-01实施

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

#### 4.1 总磷酸盐含量的测定

##### 4.1.1 方法提要

在酸性溶液中试样全部水解为正磷酸盐,加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、烘干、称重。

##### 4.1.2 试剂和材料

###### 4.1.2.1 硝酸(GB/T 626)溶液:1+1;

###### 4.1.2.2 喹钼柠酮溶液

制备方法:

溶液 I:称取70 g 钼酸钠(HG 3—1087),溶解于150 mL 水中;

溶液 II:称取60 g 柠檬酸(GB/T 9855),溶解于85 mL 硝酸(GB/T 626)和150 mL 水的混合液中;

溶液 III:量取5 mL 喹啉,溶解于35 mL 硝酸(GB/T 626)和100 mL 水的混合液中。

在不断搅拌下,先将溶液 I 缓慢加入到溶液 II 中,再将溶液 III 缓慢加入到溶液 II 中,混匀。放置24 h 后过滤。在滤液中加入280 mL 丙酮(GB/T 686),用水稀释至1 000 mL,混匀。贮于有色玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

##### 4.1.3 仪器、设备

###### 4.1.3.1 坩埚式过滤器:滤板孔径5~15 μm。

##### 4.1.4 分析步骤

###### 4.1.4.1 试验溶液的制备

用称量瓶称取约2 g 试样,精确至0.000 2 g。置于100 mL 烧杯中。加水室温下溶解后,全部转移到500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,所得滤液为试验溶液 A,用于总磷酸盐和非活性磷酸盐的测定。

###### 4.1.4.2 测定

用移液管移取15 mL 试验溶液 A,置于400 mL 高型烧杯中,加15 mL 硝酸溶液,70 mL 水。加热煮沸15 min。趁热加入50 mL 喹钼柠酮溶液,使溶液温度保持在75±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,以免结成块)。冷却至室温,冷却过程中搅拌3~4次。用预先在180±5℃或250±10℃下干燥恒重过的坩埚式过滤器以倾泻法过滤。在烧杯中洗涤沉淀3次,每次用15 mL 水。将沉淀移入坩埚式过滤器中,继续用水洗涤。所用洗水共约150 mL。于180±5℃下干燥45 min 或于250±10℃下干燥30 min。在干燥器中冷却后称重。

###### 4.1.4.3 空白试验

以15 mL 水代替试验溶液 A,其余操作同4.1.4.2条。

##### 4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的总磷酸盐(以 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 计)含量(X<sub>1</sub>)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.032\ 07}{m \times \frac{15}{500}} \times 100$$

$$= \frac{106.9(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: m<sub>1</sub>——试验溶液中生成的磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

m<sub>0</sub>——空白试验磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

m——试料的质量, g;

0.032 07——磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

##### 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0.3%。

## 4.2 非活性磷酸盐含量的测定

### 4.2.1 方法提要

在试验溶液中加入氯化钡溶液,与六聚偏磷酸钠生成沉淀。过滤,在滤液中加入酸,使非活性磷酸盐水解为正磷酸盐。加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀。过滤、洗涤、干燥、称重。

### 4.2.2 试剂和材料

4.1.2条规定的试剂和

#### 4.2.2.1 氯化钡(GB/T 652)溶液:250 g/L。

### 4.2.3 仪器、设备

同4.1.3条。

### 4.2.4 分析步骤

#### 4.2.4.1 测定

用移液管移取50 mL 试验溶液 A,置于100 mL 容量瓶中,在不断搅动下加入30 mL 氯化钡溶液,充分摇动以使沉淀完全。用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。用移液管移取50 mL 滤液,置于400 mL 高型烧杯中,加入15 mL 硝酸溶液、35 mL 水。加热煮沸15 min,趁热加入20 mL 喹钼柠酮溶液,使溶液温度保持在 $75 \pm 5^\circ\text{C}$ ,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,以免结成块)。冷却至室温,冷却过程中搅拌3~4次。用预先在 $180 \pm 5^\circ\text{C}$ 或 $250 \pm 10^\circ\text{C}$ 下干燥恒重过的坩埚式过滤器以倾泻法过滤。在烧杯中洗涤沉淀3次,每次用15 mL 水,将沉淀移入坩埚式过滤器中,继续用水洗涤,所用洗水共约150 mL。于 $180 \pm 5^\circ\text{C}$ 下干燥45 min 或于 $250 \pm 10^\circ\text{C}$ 下干燥30 min。在干燥器中冷却后称重。

#### 4.2.4.2 空白试验

以50 mL 水代替试验溶液 A,其余操作同4.2.4.1条。

### 4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的非活性磷酸盐(以  $\text{P}_2\text{O}_5$  计)含量( $X_2$ )按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.03207}{m \times \frac{50}{500} \times \frac{50}{100}} \times 100$$

$$= \frac{64.14(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $m_1$ ——试验溶液中生成的磷钼酸喹啉沉淀质量, g;

$m_0$ ——空白试验磷钼酸喹啉沉淀质量, g;

$m$ ——试料的质量, g;

0.03207——磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

### 4.2.6 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0.3%。

## 4.3 水不溶物含量的测定

### 4.3.1 仪器、设备

#### 4.3.1.1 坩埚式过滤器:滤板孔径5~15 $\mu\text{m}$ 。

### 4.3.2 分析步骤

称取约30 g 研磨后的试样,精确至0.01 g。置于400 mL 烧杯中,加入200 mL 水,加热至沸腾使之溶解。趁热用已干燥恒重的坩埚式过滤器过滤,用热水洗涤10次,每次用20 mL 水。在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重。

### 4.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量( $X_3$ )按式(3)计算:

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

式中： $m_1$ ——坩埚式过滤器的质量，g；  
 $m_2$ ——水不溶物和坩埚式过滤器的质量，g；  
 $m$ ——试料的质量，g。

#### 4.3.4 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 铁含量的测定

#### 4.4.1 方法提要

同 GB/T 3049 第2条。

#### 4.4.2 试剂和材料

同 GB/T 3049 第3条。

#### 4.4.3 仪器、设备

同 GB/T 3049 第4条。

#### 4.4.4 工作曲线的绘制

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

#### 4.4.5 分析步骤

##### 4.4.5.1 试验溶液的制备

称取约2 g 试样，精确至0.01 g，置于250 mL 烧杯中。加100 mL 水、10 mL(1+1)盐酸溶液，加热煮沸15 min。冷却，全部转移到250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

##### 4.4.5.2 空白试验溶液的制备

在250 mL 烧杯中加100 mL 水、10 mL(1+1)盐酸溶液，加热煮沸15 min。冷却。全部转移至250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

##### 4.4.5.3 测定

用移液管移取10 mL(合格品取5 mL)试验溶液和等体积的空白试验溶液，分别置于两个100 mL 容量瓶中。按 GB/T 3049 第5.4条的规定，从“必要时加水至约60 mL”开始进行操作。

#### 4.4.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量( $X_4$ )按式(4)计算：

$$X_4 = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{V}{250} \times 1000} \times 100$$

$$= \frac{25(m_1 - m_0)}{mV} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中： $m_1$ ——根据所测试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的质量，mg；  
 $m_0$ ——根据所测空白试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的质量，mg；  
 $m$ ——试料质量，g；  
 $V$ ——移取试验溶液的体积，mL。

#### 4.4.7 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%。

### 4.5 pH 值的测定

#### 4.5.1 仪器、设备

4.5.1.1 酸度计：分度值0.02 pH 单位，配有饱和甘汞电极和玻璃电极。

#### 4.5.2 分析步骤

称取1.00±0.01 g 试样，置于250 mL 烧杯中，用100 mL 无二氧化碳的水溶解。在室温下用酸度计

以饱和甘汞电极为参比电极,以玻璃电极作测量电极,测定溶液的 pH 值。

#### 4.5.3 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 pH 单位。

### 4.6 溶解性试验

#### 4.6.1 分析步骤

在 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 10~38℃ 的水,置于电磁搅拌器上,放入长度为 3.5~4.0 cm 的搅拌子。在搅拌下加入 5.0±0.1 g 试料。试料应在 20 min 内全部溶解。

## 5 检验规则

5.1 工业六聚偏磷酸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六聚偏磷酸钠都符合本标准的要求。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及本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业六聚偏磷酸钠进行验收。

5.3 每批产品不超过 30 t。

5.4 按照 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。采样时,将采样器沿垂直中心线插入至料层深度的三分之二处采样。每袋所取样品不少于 100 g。将所采的样品充分混合,按四分法缩分至约 500 g,立即装入两个清洁、干燥的广口瓶中密封。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。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

5.5 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装中采样核验。核验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品不能验收。

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

5.7 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 工业六聚偏磷酸钠包装上应有牢固清晰的标志,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、本标准编号。

6.2 工业六聚偏磷酸钠采用复合塑料编织袋包装。内袋采用双层聚乙烯薄膜袋,尺寸为 880 mm×500 mm;外袋采用复合塑料编织袋,尺寸为 710 mm×440 mm。其性能和检验方法应符合 GB 8947 的有关规定。每袋净重 25 kg。

6.3 包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋采用缝包机缝口。

6.4 工业六聚偏磷酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止日晒雨淋,避免受潮。

6.5 工业六聚偏磷酸钠应贮存在通风干燥的库房内。

### 附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由成都化工研究设计院与化工部天津化工研究院负责起草。

本标准主要起草人黄家栩、范国强、彭力国。

自本标准实施之日起,国家标准 GB 1624—79《六偏磷酸钠》作废。