

ICS 87.060.10  
G 54  
备案号: 56267—2016

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5068—2016

---

### 涂料用磷铁粉防锈颜料

Ferro-phosphorus rust-preventive pigments for coatings

2016-10-22 发布

2017-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会（SAC/TC5）归口。

本标准起草单位：上海市涂料研究所有限公司、安徽奥邦新材料有限公司、中海油常州涂料化工研究院有限公司、山东东佳集团股份有限公司、上海一品颜料有限公司、河南泰和汇金粉体科技有限公司、常州众普环保新材料科技有限公司。

本标准主要起草人：许莉莉、李峰、蒋定凤、程瑜、黄逸东、李化全、王丹英、郭荣勋、贺澄。

# 涂料用磷铁粉防锈颜料

## 1 范围

本标准规定了涂料用磷铁粉防锈颜料的要求，试验方法，检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以磷铁进行加工后成粉末状的磷铁粉。产品主要用于导电涂料、耐高温涂料、防腐涂料等涂料中，起增强涂料的防锈性能的作用。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 1713—2008 颜料密度的测定 比重瓶法

GB/T 1717—1986 颜料水悬浮液 pH 值的测定

GB/T 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样

GB/T 5211.3—1985 颜料在 105℃挥发物的测定

GB/T 5211.15—2014 颜料和体质颜料通用试验方法 第 15 部分：吸油量的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3852—2006 颜料筛余物的测定

YB/T 5341—2015 磷铁 硫含量的测定 红外线吸收法

## 3 要求

涂料用磷铁粉防锈颜料产品应符合表 1 的要求。

表 1 产品要求

项 目			指 标
外观			黑灰色粉末
元素含量/%	铁(Fe)含量	≥	50.0
	磷(P)含量	≥	22.0
	硫(S)含量	≤	0.5
筛余物 (35 μm)/%			≤ 0.3
密度(25℃) / (g/cm <sup>3</sup> )			≥ 5.0
吸油量/(g/100 g)			≤ 15
105℃挥发物			≤ 0.5
水悬浮液 pH 值			≥7 且 ≤10

4 试验方法

4.1 一般要求

除另有规定外，试验用试剂均为分析纯，试验用水均为符合 GB/T 6682 规定的三级水，试验用溶液在试验前预先调整到试验温度。

4.2 取样

产品按 GB/T 3186 的规定取样，也可按商定方法取样。取样量根据检验需要确定。

4.3 外观

目视观察。

4.4 元素含量

4.4.1 铁 (Fe) 含量的测定

4.4.1.1 原理

样品经溶解后，用氯化亚锡溶液将 3 价铁还原为 2 价铁，再用氯化汞 (Ⅱ) 溶液氧化过量的还原剂，然后以二苯胺磺酸钠为指示剂用重铬酸钾标准滴定溶液滴定 2 价铁。

4.4.1.2 试剂

4.4.1.2.1 氢氧化钠。

4.4.1.2.2 浓盐酸：质量分数约 37 %， $\rho \approx 1.19$  g/mL。

4.4.1.2.3 盐酸溶液。

1 体积浓盐酸 (见 4.4.1.2.2) 加入到 9 体积水中。

4.4.1.2.4 氯化亚锡溶液：100 g/L。

取 50 g 氯化亚锡，溶于 300 mL 浓盐酸 (见 4.4.1.2.2) 中，加水稀释至 500 mL。将此清澈溶液置于密封的瓶中，并加入少量金属锡粒。

4.4.1.2.5 氯化汞 (Ⅱ) 溶液：饱和溶液 (60 g/L~100 g/L)。

**4.4.1.2.6 硫酸和磷酸混合液。**

取 310 mL 浓硫酸（质量分数约 96 %， $\rho \approx 1.84 \text{ g/mL}$ ）和 250 mL 浓磷酸（质量分数约 85 %， $\rho \approx 1.70 \text{ g/mL}$ ）混合，将此混合物缓慢加入到 400 mL 水中，加水稀释至 1 L。

**4.4.1.2.7 重铬酸钾标准滴定溶液：** $c\left[\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right] \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601—2002 中 4.5.2 的规定进行。基准重铬酸钾称取量为  $4.90 \text{ g} \pm 0.20 \text{ g}$ 。

**4.4.1.2.8 二苯胺磺酸钠指示剂：** $2 \text{ g/L}$ 。

将  $0.2 \text{ g}$  二苯胺磺酸钠溶解于  $100 \text{ mL}$  水中。

**4.4.1.3 分析步骤****4.4.1.3.1 试验溶液 A 的制备**

称取  $0.5 \text{ g}$  试样（精确至  $0.1 \text{ mg}$ ），置于盛有  $4 \text{ g}$  氢氧化钠（见 4.4.1.2.1）的  $50 \text{ mL}$  镍坩埚中，上面再覆盖  $4 \text{ g}$  氢氧化钠（见 4.4.1.2.1）。于低温电炉上烘干失水后，置于高温炉中，在  $500^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$  熔融  $15 \text{ min} \sim 20 \text{ min}$ 。取出坩埚，稍冷，置于  $250 \text{ mL}$  烧杯中，加入  $75 \text{ mL}$  热水，立即盖上表面皿，待熔融物脱落后，用热水和热盐酸溶液（见 4.4.1.2.3）洗净坩埚和坩埚盖，一并转移至烧杯中。不断搅拌下，立即加入  $30 \text{ mL}$  盐酸（见 4.4.1.2.2），加热煮沸至清亮。用中速滤纸过滤并洗涤，滤液和洗液一并收集于  $250 \text{ mL}$  容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 A。

注 1：若高温熔融时反应液溅出，则可适当减少氢氧化钠用量为  $2 \text{ g} \sim 3 \text{ g}$ 。

注 2：若熔融物不易脱落，则在加入  $75 \text{ mL}$  热水后缓慢加入  $25 \text{ mL}$  浓盐酸（见 4.4.1.2.2），置于电热板上加热至微沸，待熔融物脱落后，用热水和热盐酸溶液（见 4.4.1.2.3）洗净坩埚和坩埚盖，一并转移至烧杯中，再加入  $5 \text{ mL}$  浓盐酸（见 4.4.1.2.2），加热煮沸至清亮。

**4.4.1.3.2 测定**

用移液管移取  $25 \text{ mL}$  试验溶液 A（见 4.4.1.3.1）于  $500 \text{ mL}$  烧杯中，置于电热板上加热微沸  $3 \text{ min} \sim 5 \text{ min}$ ，边搅拌边滴加氯化亚锡溶液（见 4.4.1.2.4）至由黄色变为无色，然后再过量  $1 \text{ 滴} \sim 2 \text{ 滴}$ ，用水稀释溶液至约  $300 \text{ mL}$ 。在剧烈搅拌下迅速加入  $10 \text{ mL}$  氯化汞（Ⅱ）溶液（见 4.4.1.2.5），约  $15 \text{ s} \sim 20 \text{ s}$  后出现白色沉淀，放置  $1 \text{ min}$ ，加入  $50 \text{ mL}$  硫酸和磷酸混合液（见 4.4.1.2.6）和  $5 \text{ 滴} \sim 6 \text{ 滴}$  二苯胺磺酸钠指示剂（见 4.4.1.2.8），立即用重铬酸钾标准滴定溶液（见 4.4.1.2.7）滴定，颜色由暗绿色至紫色为终点。记录消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积  $V$ 。

**4.4.1.3.3 结果计算**

按公式（1）计算铁（Fe）含量  $X_1$ ，以质量分数计，数值以 % 表示：

$$X_1 = \frac{V \times 0.055845 \times 10}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V$ ——滴定所消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——重铬酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

$0.055845$ ——与  $1.00 \text{ mL}$  重铬酸钾标准滴定溶液  $\left[c\left[\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right] = 1 \text{ mol/L}\right]$  相当的以克（g）表示的

铁（Fe）的质量；

$10$ ——测定溶液稀释倍数。

如果两次平行测定结果的差值大于  $0.5\%$ ，则应重新进行测定。

## HG/T 5068—2016

计算两次平行测定的平均值，结果精确至 0.1 %。

## 4.4.2 磷 (P) 含量的测定

## 4.4.2.1 原理

在酸性介质中，样品中的有效磷与喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀，用磷钼酸喹啉重量法测定磷含量。

## 4.4.2.2 试剂

4.4.2.2.1 浓硝酸：质量分数约 65 %， $\rho \approx 1.40 \text{ g/mL}$ 。

4.4.2.2.2 喹钼柠酮试剂。

按规定制备溶液 A、B、C、D，在不断搅拌下将溶液 D 慢慢加入到溶液 C 中，在暗处放置 24 h 后过滤，加入丙酮 280 mL，用水稀释至 1 L，混匀，贮于塑料瓶中，放置暗处，备用。

溶液 A、B、C、D 的配制：

- 溶液 A，称取 70 g 钼酸钠二水合物于 250 mL 烧杯中，用量筒加入 150 mL 水溶解；
- 溶液 B，取 500 mL 烧杯，加入 150 mL 水，缓慢加入 85 mL 浓硝酸，混匀，再称取 60 g 柠檬酸一水合物，溶解在此溶液中，冷却；
- 溶液 C，在不断搅拌下将溶液 A 慢慢加入到溶液 B 中；
- 溶液 D，取 250 mL 烧杯，加入 100 mL 水，缓慢加入 35 mL 浓硝酸，搅拌，再加入 5 mL 喹啉，混匀。

## 4.4.2.3 分析步骤

## 4.4.2.3.1 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A（见 4.4.1.3.1）于 250 mL 烧杯中，加入 5 mL 浓硝酸（见 4.4.2.2.1），用水稀释至约 100 mL，加热至沸，在不断搅拌下慢慢加入 50 mL 喹钼柠酮试剂（见 4.4.2.2.2），加热煮沸 1 min。放置冷却后，以预先在  $180^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  恒重的 G4 玻璃坩埚式滤器抽滤，先将上层清液滤完，然后以倾泻法洗涤沉淀 2 次（每次约用 25 mL 水），将沉淀完全移入滤器后，再用水继续洗涤，所用水共约 125 mL~150 mL。将滤器连同沉淀一起置于  $180^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  烘箱中烘 45 min，然后移入到干燥器中，冷却至室温，称重，直至恒重。

同时进行空白实验。

## 4.4.2.3.2 结果计算

按公式 (2) 计算磷 (P) 含量  $X_2$ ，以质量分数计，数值以 % 表示：

$$X_2 = \frac{[(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)] \times 0.0140 \times 10}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $m_1$ ——测定样品时玻璃坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；
- $m_2$ ——测定样品时玻璃坩埚和样品的质量的数值，单位为克 (g)；
- $m_3$ ——测定空白时玻璃坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；
- $m_4$ ——测定空白时玻璃坩埚和样品的质量的数值，单位为克 (g)；
- $m$ ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

0.0140——磷钼酸喹啉换算成磷的换算系数；

10——测定溶液稀释倍数。

如果两次平行测定结果的差值大于 0.5 %，则应重新进行测定。  
计算两次平行测定的平均值，结果精确至 0.1 %。

#### 4.4.3 硫 (S) 含量的测定

按 YB/T 5341—2015 的规定进行。

#### 4.5 筛余物

按 HG/T 3852—2006 中甲法的规定进行。

#### 4.6 密度

按 GB/T 1713—2008 的规定进行。

#### 4.7 吸油量

按 GB/T 5211.15—2014 的规定进行。

#### 4.8 105℃挥发物

按 GB/T 5211.3—1985 的规定进行。

#### 4.9 水悬浮液 pH 值

按 GB/T 1717—1986 的规定进行。

### 5 检验规则

#### 5.1 检验分类

5.1.1 产品检验分出厂检验和型式检验。

5.1.2 出厂检验项目包括外观、筛余物、吸油量、105℃挥发物、水悬浮液 pH 值。

5.1.3 型式检验项目包括本标准所列的全部技术要求。在正常生产情况下，每半年至少进行一次型式检验。

#### 5.2 检验结果的判定

5.2.1 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。

5.2.2 所有检验项目的检验结果均达到本标准要求时，该试验样品为符合本标准要求。

### 6 标志、包装、运输和贮存

#### 6.1 标志

产品包装袋上应印有牢固、清晰的标志，包括生产厂名称和地址、产品名称、注册商标、标准代号、生产批号、净含量、生产日期以及规定的“防潮”标志。

#### 6.2 包装

产品可用塑料编织袋内衬塑料薄膜袋包装，也可用其他适宜的包装材料包装。

## HG/T 5068—2016

### 6.3 运输

运输、装卸时，要轻装、轻卸，防止包装污染和破损。产品在运输中，应防止雨淋、日光暴晒。

### 6.4 贮存

产品应按分类、分批存放在通风、干燥处，严禁与产品可发生反应的物品接触，注意防潮。

---