

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号: 60530—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5216—2017

---

### 工业次磷酸钙

Calcium hypophosphite for industrial use

2017-11-07 发布

2018-04-01 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。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会 (SAC/TC63/SC1) 归口。

本标准起草单位：重庆新申世纪化工有限公司、佛山市质量计量监督检测中心、中海油天津化工研究设计院有限公司、昆明理工大学、索尔维-恒昌（张家港）精细化工有限公司、青岛市食品药品检验研究院。

本标准主要起草人：申静、赵亮亮、安晓英、丁灵、谢德龙、唐艳、徐吉超。

## 工业次磷酸钙

**警示——**按 GB 12268—2012 第 6 章的规定，本产品属于第 4 类 4.1 项易燃固体，操作时应小心谨慎。使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了工业次磷酸钙的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。本标准适用于工业次磷酸钙。该产品可用作阻燃剂、抗氧化剂等。

### 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 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 12268—2012 危险货物物品名表

GB/T 23769 无机化工产品 水溶液中 pH 测定通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 1 部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 3 部分：制剂及制品的制备

### 3 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2$

相对分子质量：170.03（按 2016 年国际相对原子质量）

### 4 要求

4.1 外观：白色或灰白色微晶状粉末。

4.2 工业次磷酸钙按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项 目	指 标
次磷酸钙 $[\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2]$ $w/\%$	98.5~100.5
pH (100 g/L 水溶液)	4.0~5.0
水分 $w/\%$	$\leq 0.2$
水不溶物 $w/\%$	$< 0.5$

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、制剂和制品，在没有注明其他规定时，均按 HG/T 3696.1 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板中用目视法判定外观。

5.3 次磷酸钙含量的测定

5.3.1 原理

试样中的次磷酸根与溴反应，过量的溴与碘化钾定量反应生成碘。以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定产生的碘，根据滴定体积计算次磷酸钙含量。

5.3.2 试剂或材料

5.3.2.1 硫酸溶液：1+9。

5.3.2.2 碘化钾溶液：200 g/L。

只限于使用无色溶液。

5.3.2.3 溴溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{Br}_2\right) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

称取 2.78 g 溴酸钾和 10 g 溴化钾，精确至 0.01 g。加水溶解并稀释至 1 000 mL。

5.3.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.5 淀粉指示液：10 g/L。

5.3.3 试验步骤

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中，加水，搅拌使其溶解，然后全部转移至 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 25 mL 试验溶液，置于 500 mL 碘量瓶中，用移液管加入 50 mL 溴溶液，快速加入 10 mL 硫酸溶液，立即盖好瓶塞，水封，缓慢摇匀，在暗处于 25 ℃~30 ℃放置 1 h。然后迅速加入 10 mL 碘化钾溶液，盖紧瓶塞，水封，缓缓摇匀，放置 10 min。然后用少量水冲洗瓶塞，用硫代硫酸

钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅黄色，加入 2 mL 淀粉指示液，继续滴定至溶液蓝色消失即为终点。

同时同样做空白试验。空白试验除不加试样外，其他加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与试验溶液相同。

#### 5.3.4 试验数据处理

次磷酸钙  $[\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2]$  含量以质量分数  $w_1$  计，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{[(V - V_1)/1\,000]cM}{m \times (25/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V$ ——滴定空白试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_1$ ——滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c$ ——硫代硫酸钠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)；

$M$ ——次磷酸钙  $\left[\frac{1}{8}\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2\right]$  摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M=21.25$ )。

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 %。

#### 5.4 pH 的测定

##### 5.4.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

##### 5.4.2 仪器设备

酸度计：精度为 0.02 pH 单位。

##### 5.4.3 试验步骤

称取  $10.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  试样，置于 200 mL 烧杯中，加入 100 mL 无二氧化碳的水溶解试样，摇匀，按 GB/T 23769 的规定进行测定。

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。

#### 5.5 水分的测定

##### 5.5.1 原理

试样在  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$  的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定，根据试样干燥前后的质量变化确定水分。

##### 5.5.2 仪器设备

5.5.2.1 称量瓶： $\Phi 60\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

5.5.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

##### 5.5.3 试验步骤

用已于  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$  下干燥至质量恒定的称量瓶称取约 10 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于电热恒温干燥箱中，在  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$  条件下干燥至质量恒定。



#### 5.5.4 试验数据处理

水分以质量分数  $w_2$  计,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$ ——干燥前试样和称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——干燥后试样和称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

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0.05%。

#### 5.6 水不溶物含量的测定

##### 5.6.1 试剂或材料

盐酸溶液:1+1。

##### 5.6.2 仪器设备

5.6.2.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为5  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ 。

5.6.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在105  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  2  $^{\circ}\text{C}$ 。

##### 5.6.3 试验步骤

称取约5.0 g试样,精确至0.000 2 g。置于100 mL烧杯中,用已在105  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  2  $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用水洗涤残渣10次~15次,置于105  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  2  $^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

##### 5.6.4 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数  $w_3$  计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_1$ ——玻璃砂坩埇和水不溶物的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——玻璃砂坩埇的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

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%。

#### 6 检验规则

6.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料、在基本相同的生产条件下、连续生产或同一班组生产的工业次磷酸钙为一批。每批产品不超过10 t。

6.3 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的3/4处采样。将采出的样品迅速混匀,用缩分器或四分法缩分至不少于500 g。将样品分装于两个清

洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

## 7 标志、标签

7.1 工业次磷酸钙产品包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190 中规定的“易燃固体”标签及 GB/T 191—2008 第 2 章中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业次磷酸钙产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、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。

## 8 包装、运输、贮存

8.1 工业次磷酸钙产品采用双层包装。内包装采用双层聚乙烯薄膜袋或单层加厚聚乙烯袋，外包装采用纸板桶或塑料编织袋。包装内袋采用热合或人工扎口；外袋采用加盖密封或缝包机缝合，包装牢固，无漏缝或跳线现象。

8.2 工业次磷酸钙产品运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受热、受潮。严禁与氧化剂混运。

8.3 工业次磷酸钙产品应贮存于通风、阴凉、干燥的仓库内，防止雨淋、受热、受潮。严禁与氧化剂等混贮。