

ICS 71. 060. 50

G 12

备案号:37839—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4316—2012

非洗涤剂用三聚磷酸钠

Sodium tripolyphosphate for non-detergent

2012-11-07 发布

2013-03-01 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:湖北兴发化工集团股份有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:万金铸、熊萍、李光明、王彦。

非洗涤剂用三聚磷酸钠

1 范围

本标准规定了非洗涤剂用三聚磷酸钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和包装、运输、贮存。本标准适用于非洗涤剂用三聚磷酸钠。主要用于陶瓷和装饰建材生产的原料等。

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,仅所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 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛

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 数值修约规则和极限数值的表示和判定

GB/T 23771—2009 无机化工产品中堆积密度的测定

GB/T 23774—2009 无机化工产品 白度测定的通用方法

GB/T 23843—2009 无机化工产品中五氧化二磷含量测定的通用方法

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 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

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:Na₅P₃O₁₀

相对分子质量:367.86(按2010年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:白色颗粒或粉末。

4.2 非洗涤剂用三聚磷酸钠按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
三聚磷酸钠($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$) $w/\%$	\geq 90
五氧化二磷(P_2O_5) $w/\%$	\geq 56.5
白度	\geq 92
水不溶物 $w/\%$	\leq 0.10
铁(Fe) $w/\%$	\leq 0.005
pH(10 g/L 溶液)	9.2~10.0
颗粒度(通过 1.0 mm 试验筛筛余物) $w/\%$	\leq 5
表观密度/(g/cm^3)	\leq 0.6

5 试验方法

5.1 安全警示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。挥发性有机溶剂大部分有害人体健康且易燃,操作时应在通风橱中进行,并防止与明火接触。

5.2 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。试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3693.1、HG/T 3693.2、HG/T 3693.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

5.4 三聚磷酸钠含量的测定

5.4.1 方法提要

将三聚磷酸钠中的各种磷酸盐吸附在强碱性阴离子交换树脂柱上,利用其对树脂的吸附力不同,用不同浓度的氯化钾溶液洗提,使其按正磷酸盐、焦磷酸盐、三聚磷酸盐、三偏磷酸盐的顺序流出,测定三聚磷酸钠洗提液中的五氧化二磷的含量,计算三聚磷酸钠的含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.4.2.2 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) \approx 2 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.3 缓冲溶液($\text{pH} \approx 4.3$):溶解 51 g 三水合乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)和 46 mL 冰乙酸于水中,用水稀释至 1 000 mL。

5.4.2.4 钼酸铵-硫酸溶液(7.2 g/L):溶解 7.2 g 四水合钼酸铵[$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$]于水中,加入 400 mL 浓度为 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 10 \text{ mol/L}$ 的硫酸溶液,用水稀释至 1 000 mL。此溶液中硫酸浓度为 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 4 \text{ mol/L}$,每升中含三氧化钼(MoO_3)约 6 g。

5.4.2.5 抗坏血酸溶液:25 g/L,每隔 2 d~3 d 重配。

5.4.2.6 氯化钾溶液:0.15 mol/L、0.25 mol/L、0.50 mol/L 和 0.75 mol/L,各浓度溶液 1 L 中含 10 mL 缓冲溶液(5.4.2.3)。

5.4.2.7 五氧化二磷标准溶液[1 mL 溶液含五氧化磷(P_2O_5)1.00 mg]:将磷酸二氢钾(KH_2PO_4)在 110 ℃±2 ℃烘 2 h,在干燥器中冷却后称取 1.917 g(精确至 0.000 5 g),加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2.8 五氧化二磷标准溶液[1 mL 溶液含五氧化磷(P_2O_5)0.01 mg]:准确吸取 10.0 mL 五氧化二磷标准溶液(5.4.2.7)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2.9 噩钼柠酮溶液。

5.4.2.10 离子交换树脂:强碱性阴离子型,氯型,粒度 0.07 mm~0.16 mm,在 4 mol/L 盐酸溶液中浸泡一周,用水以倾泻法洗至洗液澄清,保存于水溶液中备用。

5.4.2.11 玻璃棉。

5.4.3 仪器、设备

5.4.3.1 离子交换柱:玻璃管内径 10 mm,长 400 mm,管底收缩,配一玻璃活塞(25 mL 滴定管可适用)见图 1。

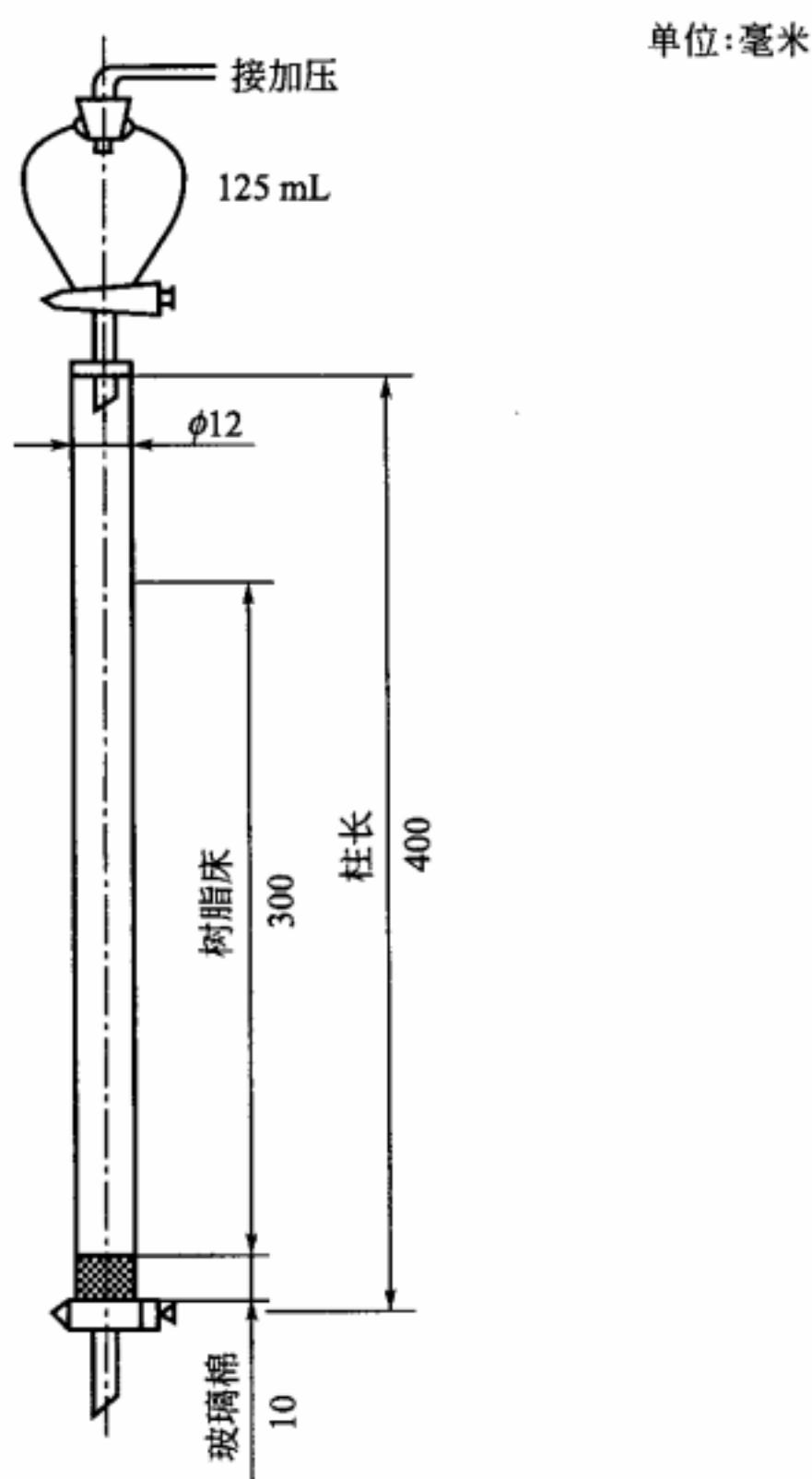


图 1 离子交换柱

5.4.3.2 分液漏斗:125 mL,固定在铁环上与交换柱顶部连接。

5.4.3.3 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm。

5.4.3.4 硬质玻璃试管:φ25 mm×200 mm。

5.4.3.5 水浴锅:可控于微沸。

5.4.3.6 分光光度计:波长范围 350 nm~800 nm。

5.4.3.7 电热恒温干燥箱:温度控制在 180 °C±5 °C 或 250 °C±5 °C。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 离子交换柱的准备:将离子交换柱固定在架子上,关上活塞,在柱子底部填 1 cm 厚的玻璃棉,倒入约 10 mL 水浸湿。将树脂倒入柱内,使树脂床高为 30 cm,用盐酸溶液浸没备用。树脂使用前按树脂再生步骤中的处理过程处理后即可进样。

5.4.4.2 树脂的再生:每次样品洗脱分离完毕,用盐酸溶液 200 mL 流过树脂床且浸泡过夜使树脂再生。使用前使 50 mL 盐酸溶液流过柱子,关闭交换柱活塞,将柱充满水,塞上橡皮塞,倒转几次使树脂松动,排出空气泡将柱竖直固定在架上,用水先慢速洗树脂,然后以 5.5 mL/min~6.0 mL/min 流速洗

至流出液的 pH 值为 4.5~5.0(用水约 80 mL)。维持液面高于树脂层 1 cm, 关闭交换柱和分液漏斗的活塞, 备用。

离子交换柱树脂床中不能有气泡; 每次分离完毕, 树脂必须再生; 在再生树脂和分离样品的全过程中, 要保持柱中液面高出树脂层约 1 cm, 不能流干。

5.4.4.3 当树脂批号或交换柱参数改变时, 需按(5.4.4.5)选择最佳分离条件的程序, 用已知组成的样品, 选用合适的洗提溶液, 核对离子交换柱色谱分离的准确性。

5.4.4.4 工作曲线的制作: 准确吸取五氧化二磷标准溶液 [1 mL 溶液含五氧化磷(P_2O_5) 0.01 mg] 0.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL、25.0 mL, 分别移入硬质玻璃试管中, 加水稀释至 25 mL, 加入 10 mL 铬酸铵-硫酸溶液, 2 mL 抗坏血酸溶液, 在沸水浴中加热至少 30 min, 保证水解完全。冷却至室温, 分别移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。用分光光度计在 650 nm 处, 以 2 cm 比色皿, 用水作参比测定工作曲线系列溶液的吸光度。以各工作曲线系列溶液的吸光度扣除空白溶液的吸光度为横坐标, 以五氧化二磷质量(mg)为纵坐标绘制工作曲线。

5.4.4.5 选择最佳色谱分离条件: 在选定离子交换柱以后, 装入处理好的树脂, 然后按 5.4.4.6 称取试样, 制备试样溶液, 进样, 加入洗脱溶液, 每 5 mL 流出液收作一份, 分别移入硬质玻璃试管中, 加水稀释至 25 mL, 加入 10 mL 铬酸铵-硫酸溶液, 2 mL 抗坏血酸溶液, 在沸水浴中加热至少 30 min, 保证水解完全。冷却至室温分别移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。用分光光度计在 650 nm 处, 以 2 cm 比色皿, 用水作参比, 分别测定吸光度, 从工作曲线上查得对应的五氧化二磷质量(mg), 绘制流出曲线, 从而确定最佳分离条件。本标准选用内径 10 mm 柱, 树脂床高 300 mm, 柱流速 5.5 mL/min~6.0 mL/min, 用 0.15 mol/L 氯化钾溶液 70 mL, 0.25 mol/L 氯化钾溶液 90 mL, 0.50 mol/L 氯化钾溶液 90 mL, 0.75 mol/L 氯化钾溶液 70 mL 依次洗脱正磷酸盐、焦磷酸盐、三聚磷酸盐、三偏磷酸盐。如图 2 所示。

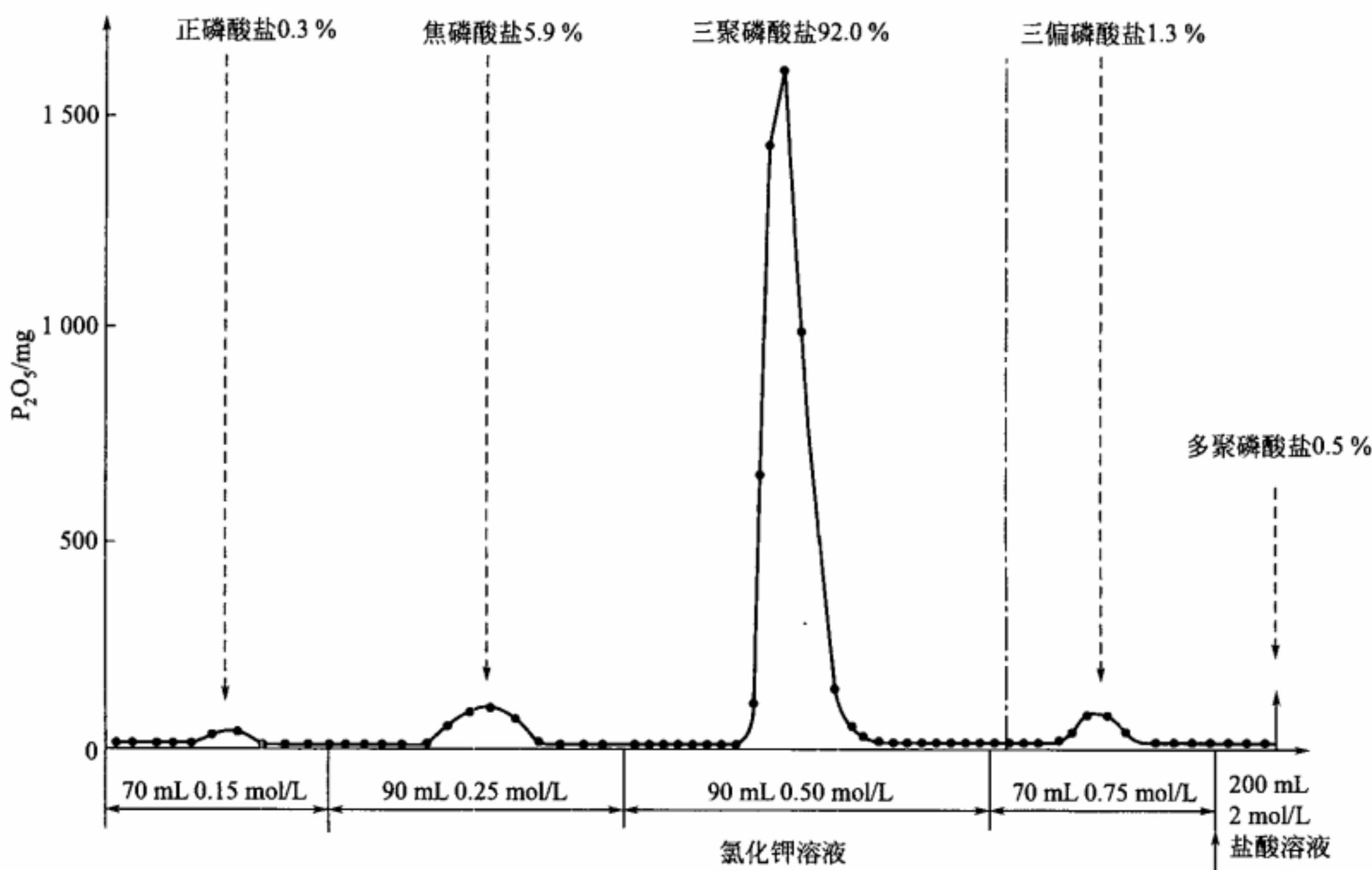


图 2 测定洗提条件的示意图

5.4.4.6 试样溶液的配制: 称取约 1 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 加水溶解, 移入 500 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 缓冲溶液, 用水稀释至刻度, 混匀(若浑浊需过滤)。

5.4.4.7 色谱柱分离: 准确吸取 10 mL 试样溶液于交换柱上端的分液漏斗中, 打开分液漏斗和交换柱的活塞, 使试液流入树脂床, 用 0.15 mol/L 氯化钾溶液 10 mL 冲洗分液漏斗, 再加 0.15 mol/L 氯化钾

溶液 60 mL, 控制流速 5.5 mL/min~6.0 mL/min, 洗提液可弃去; 再用 0.25 mol/L 氯化钾溶液 90 mL 冲洗分液漏斗, 控制流速 5.5 mL/min~6.0 mL/min, 洗提液可弃去。用 0.50 mol/L 氯化钾溶液 90 mL 洗提分离三聚磷酸盐组分, 将三聚磷酸钠流出液收集于 400 mL 高型烧杯中。

5.4.4.8 测定三聚磷酸钠含量：在三聚磷酸钠流出液中加入 15 mL 硝酸溶液、70 mL 水，微沸 40 min，用水冲洗表面皿和烧杯壁，控制试验溶液体积约为 100 mL。再加热至近沸腾，趁热加入 50 mL 喹钼柠酮溶液，盖上表面皿，加热沸腾 1 min，在温度为 75 °C ± 5 °C 的水浴中保温 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）。冷却至室温。用已于 180 °C ± 5 °C 下干燥 45 min 质量恒定的玻璃砂坩埚以倾析法过滤，在烧杯中洗涤沉淀三次，每次用水 15 mL，将沉淀移入玻璃砂坩埚中，继续用水洗涤（所用洗涤水共约 150 mL）。置于电热恒温干燥箱中在 180 °C ± 5 °C 下干燥 45 min，或在 250 °C ± 5 °C 下干燥 15 min，取出放在干燥器中冷却至室温，称量。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量与测定试样相同。

5.4.5 结果计算

三聚磷酸钠含量以三聚磷酸钠($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$)的质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.05541}{m \times \frac{10}{500}} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

m_1 ——试样溶液的磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——空白试验的磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);

m——试料质量的数值,单位为克(g);

0.05541——磷钼酸喹啉换算成三聚磷酸钠的系数。

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 0.5 %。

5.5 五氧化二磷含量的测定

5.5.1 方法提要

同 GB/T 23843—2009 中第 3 章。

5.5.2 试剂和材料

同 GB/T 23843—2009 中第 6 章。

5.5.3 仪器、设备

同 GB/T 23843—2009 中第 7 章。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 试验溶液的制备

称取 1 g 试验样品, 精确到 0.000 2 g。用水溶解, 转移至 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 充分摇匀。此溶液测定前制备, 必要时过滤。

5.5.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试料外，其他加入试剂量与试验溶液制备完全相同。并与试样同时进行同样处理。

5.5.4.3 测定

移取 25.0 mL 试验溶液和空白试验溶液, 分别置于两个 400 mL 烧杯中, 用水稀释至 100 mL, 加入 8 mL 硝酸, 盖上表面皿, 置电热板上煮沸 40 min。趁热加入 50 mL 噻钼柠酮溶液, 盖上表面皿, 在温度为 75 °C ± 5 °C 的水浴中保温 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)。以下按 GB/T 23843—2009 中的 8.3 条测定中“冷却至室温……”进行操作。

5.5.5 结果计算

五氧化二磷含量以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数 w_2 计, 数值以%表示, 按式(2)计算:

5.11.2 仪器

见 GB/T 23771—2009 第 3 章。

5.11.3 分析步骤

按 GB/T 23771—2009 第 4 章进行操作。

5.11.4 结果计算

按 GB/T 23771—2009 第 5 章计算结果。

6 检验规则

6.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目,应逐批进行检验。

6.2 用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的非洗涤剂用三聚磷酸钠为一批。每批产品不超过 60 t。

6.3 按 GB/T 6678 规定的采样技术确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层深的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时,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 按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 包装上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

7.2 每批出厂的非洗涤剂用三聚磷酸钠都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 非洗涤剂用三聚磷酸钠内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,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;外包装采用塑料编织袋,外包装牢固缝合。每袋净含量 50 kg,也可以采用柔性集装袋包装,每袋净含量 1 000 kg。用户有特殊要求时,协商确定。

8.2 非洗涤剂用三聚磷酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

8.3 非洗涤剂用三聚磷酸钠在贮存过程中,防止雨淋、暴晒。

中华人民共和国

化工行业标准

非洗涤剂用三聚磷酸钠

HG/T 4316—2012

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011）

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 3/4 字数 18 千字

2013 年 2 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025 · 1282

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换

定价：12.00 元

版权所有 违者必