

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:41833—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4515—2013

---

### 三偏磷酸钠

Sodium trimetaphosphate

2013-10-17 发布

2014-03-01 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。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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、成都金博士科技有限公司。

本标准主要起草人：万金铸、范国强、熊萍、许海全、芦鹏飞。

## 三偏磷酸钠

### 1 范围

本标准规定了三偏磷酸钠的要求,试验方法,检验规则,标志、标签,包装、运输、贮存。

本标准适用于工业用三偏磷酸钠。该产品主要用作合成洗涤剂、淀粉改性剂、水质软化剂等。

### 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 5009.74 2003 食品添加剂中重金属限量试验

GB/T 5009.76 2003 食品添加剂中砷的测定

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(mod ISO 3696:1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8946 塑料编织袋

GB/T 21057 2007 无机化工产品中氟含量测定的通用方法 离子选择性电极法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

### 3 分子式和相对分子质量

分子式: $(\text{NaPO}_3)_3$

相对分子质量:305.88(按2011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 三偏磷酸钠按本标准规定的试验方法检测应符合表1的技术要求。

表1 技术要求

指标项目		指 标		
		优等品	一等品	合格品
三偏磷酸钠 $[(\text{NaPO}_3)_2]w/\%$	$\geq$	99.2	99.0	98.5
水不溶物 $w/\%$	$\leq$	0.01	0.05	0.1
pH(10 g/L 水溶液)		6.0~9.0	6.0~9.0	6.0~9.0
粒径( $D_{50}$ )/ $\mu\text{m}$	$\leq$	协议		
砷(As) $w/\%$	$\leq$	0.0003		
重金属(以Pb计) $w/\%$	$\leq$	0.001		
氟化物(以F计) $w/\%$	$\leq$	0.001		

## 5 试验方法

### 5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

### 5.2 一般规定

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—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,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 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 三偏磷酸钠含量的测定

#### 5.4.1 方法提要

在试验溶液中加入氯化钼,使溶液中的其他磷酸盐生成沉淀,过滤,在滤液中加入酸,使三偏磷酸钠水解为正磷酸盐,加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥、称量。

注:三偏磷酸钠的测定实质上是测定聚合的磷酸盐的总磷含量。并不能区分其聚合物结构。若要进一步对其结构进行鉴别,可参照附录 A 提供的 XRD 谱图与样品的 XRD 谱图进行对比分析。

#### 5.4.2 试剂和材料

##### 5.4.2.1 硝酸溶液:1+1。

##### 5.4.2.2 喹钼柠酮溶液。

##### 5.4.2.3 氯化钼溶液:25 g/L。

#### 5.4.3 仪器、设备

##### 5.4.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 $5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 。

##### 5.4.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

#### 5.4.4 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,全部转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 50 mL 试液置于 100 mL 容量瓶中,在不断摇动下加 10 mL 氯化钼溶液,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去最初 20 mL 滤液。移取 20 mL 滤液于 300 mL 烧杯中,加 15 mL 硝酸溶液和 70 mL 水。煮沸 15 min,趁热加入 50 mL 喹钼柠酮溶液,煮沸 1 min,冷却至室温。

用已在  $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥到恒定质量的玻璃砂坩埚以倾泻法过滤,洗涤沉淀 5 次~6 次,每次用水 20 mL,将沉淀移入玻璃砂坩埚中,再用水继续洗涤,所用水共约 200 mL,于  $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥

45 min, 在干燥器中冷却, 称量。

#### 5.4.5 结果计算

三偏磷酸钠含量以三偏磷酸钠 $[(\text{NaPO}_3)_3]$ 的质量分数 $w_1$ 计, 按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.04608}{m \times \frac{50}{500} \times \frac{20}{100}} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

$m_1$  磷钼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);

0.04608 磷钼酸喹啉换算成三偏磷酸钠的系数。

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0.3%。

### 5.5 水不溶物含量的测定

#### 5.5.1 仪器、设备

5.5.1.1 玻璃砂坩埚: 滤板孔径 $5\mu\text{m} \sim 15\mu\text{m}$ 。

5.5.1.2 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 $105\text{℃} \pm 2\text{℃}$ 。

#### 5.5.2 分析步骤

称取约20 g试样, 精确至0.01 g, 置于300 mL烧杯中, 加200 mL水, 加热至沸使之溶解。趁热用已在 $105\text{℃} \pm 2\text{℃}$ 下干燥到恒定质量的玻璃砂坩埚过滤。用热水洗涤10次, 每次用水20 mL, 置于电热恒温干燥箱中, 在 $105\text{℃} \pm 2\text{℃}$ 下干燥至质量恒定。

#### 5.5.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 $w_2$ 计, 按公式(2)计算:

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

式中:

$m_1$  玻璃砂坩埚质量的数值, 单位为克(g);

$m_2$  水不溶物与玻璃砂坩埚质量的数值, 单位为克(g);

$m$  试料质量的数值, 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0.01%。

### 5.6 pH的测定

#### 5.6.1 仪器、设备

酸度计: 分度值为0.02, 配有复合电极或玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极。

#### 5.6.2 分析步骤

称取 $1.00\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 试样, 置于150 mL烧杯中, 加100 mL水溶解, 在室温下按酸度计使用说明书要求操作。

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。

### 5.7 粒径的测定

#### 5.7.1 仪器、设备

干法激光粒度仪。

#### 5.7.2 分析步骤

按仪器说明的最佳条件确定样品量、超声功率、气体流速, 按仪器说明的步骤进行测定。

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相对差值不大于5%。

### 5.8 砷含量的测定

#### 5.8.1 试剂

同GB/T 5009.76—2003中第9章。

#### 5.8.2 仪器

同 GB/T 5009.76 2003 中第 10 章。

### 5.8.3 分析步骤

称取  $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  试样,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水和 10 mL 盐酸加热溶解<sup>[1]</sup>,全部转移至测砷瓶中,以下操作按 GB/T 5009.76 2003 第 11 章规定“加水至 30 mL……”开始进行测定。溴化汞试纸所呈砷斑颜色不得深于标准。

标准是用移液管移取 3.00 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg],与试样同时、同样处理。

## 5.9 重金属含量的测定

### 5.9.1 试剂

同 GB/T 5009.74 2003 中第 3 章。

### 5.9.2 分析步骤

称取  $2.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  试样,置于 50 mL 烧杯中,加 20 mL 水和 1 mL (1+1) 盐酸溶解,煮沸 10 min,冷却至室温,加 1 滴酚酞指示液,滴加氨水至溶液呈淡粉色,加 0.5 mL 乙酸溶液,移入 50 mL 比色管中,加水至 25 mL,加入 10 mL 饱和硫化氨水,摇匀,于暗处放置 10 min,其颜色不得深于标准。

标准是吸取 2.00 mL 铅标准溶液[1 mL 溶液含铅(Pb)0.010 mg],与试样同时、同样处理。

## 5.10 氟化物含量的测定

### 5.10.1 试剂

同 GB/T 21057 2007 中第 3.4 条。

### 5.10.2 仪器、设备

同 GB/T 21057 2007 中第 3.5 条。

### 5.10.3 分析步骤

#### 5.10.3.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 21057 2007 第 3.6.3 条。

#### 5.10.3.2 测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 50 mL 烧杯中,加 20 mL 水和 1 mL 盐酸溶解,煮沸 10 min,冷却至室温,移入 50 mL 容量瓶中,以下操作按 GB/T 21057 2007 中 3.6.3.3 的规定完成操作。

## 6 检验规则

6.1 本标准要求中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、基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的三偏磷酸钠为一批。每批产品不超过 20 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采的样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装入两个干燥、清洁的广口瓶中,密封,粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶用于检验,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 三偏磷酸钠由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

6.5 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复检,复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

## 7 标志、标签

7.1 三偏磷酸钠包装袋上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、等级、净含量、

批号或生产日期、本标准编号。

**7.2** 每批出厂的三偏磷酸钠都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

## **8 包装、运输、贮存**

**8.1** 三偏磷酸钠采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋。外包装为塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。每袋净含量 25 kg,或由供需双方协商。

**8.2** 三偏磷酸钠包装时,将内袋中的空气排出,用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋用维尼龙绳线或其他质量相当的线缝口,缝线整齐、针距均匀,无漏缝或跳线现象。

**8.3** 三偏磷酸钠在运输中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

**8.4** 三偏磷酸钠应贮存于阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。

附录 A  
(资料性附录)  
三偏磷酸钠 XRD 参考图

图 A.1 给出了根据收集的国内典型样品测定的三偏磷酸钠 XRD 谱图。

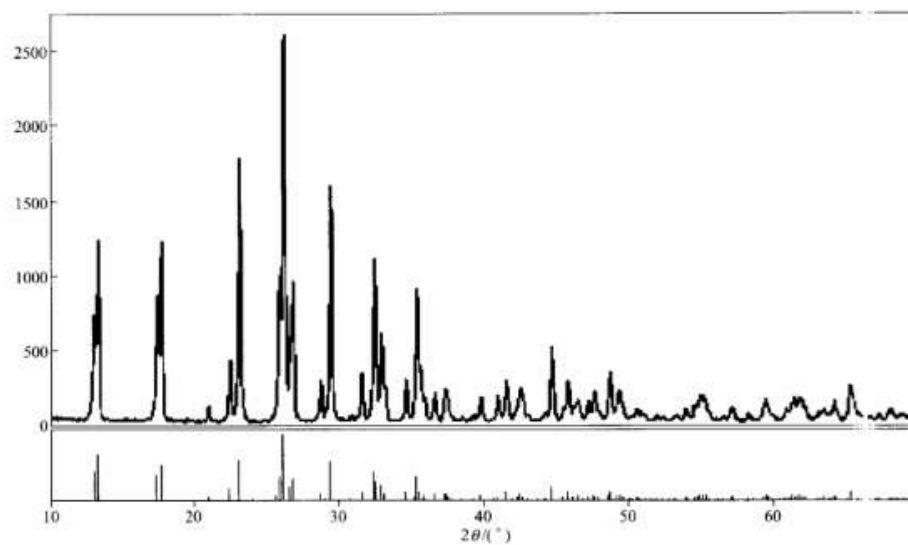


图 A.1 典型的三偏磷酸钠 XRD 谱图



中华人民共和国

化工行业标准

三偏磷酸钠

HG/T 4515—2013

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:4 字数:14千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1506

---

购书咨询:010-6418888

售后服务:010-6418899

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:10.00元

版权所有 违者必究