

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:41847—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4529—2013

---

### 牙膏用焦磷酸亚锡

Stannous pyrophosphate for tooth-paste industry

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:精细化学品集团有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:金秋玲、蔡莱君、王彦。

# 牙膏用焦磷酸亚锡

## 1 范围

本标准规定了牙膏用焦磷酸亚锡的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于牙膏用焦磷酸亚锡。该产品主要用作牙膏的填充剂。

## 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 191—2008 包装储运图示标志

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/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

GB/T 23947.1—2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第1部分:二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

GB/T 23947.2—2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第2部分:砷斑法

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: $\text{Sn}_2\text{P}_2\text{O}_7$

相对分子质量:407.27(按2011年国际相对原子质量)

## 4 要求

4.1 外观:白色粉末。

4.2 牙膏用焦磷酸亚锡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     |
|--------------------------------|--------|---------|
| 焦磷酸亚锡, $w/\%$                  | $\geq$ | 98.7    |
| 铁(Fe), $w/\%$                  | $\leq$ | 0.005 0 |
| 硫酸盐(以 $\text{SO}_4$ 计), $w/\%$ | $\leq$ | 0.05    |
| 氯化物(以 Cl 计), $w/\%$            | $\leq$ | 0.05    |
| 盐酸不溶物, $w/\%$                  | $\leq$ | 0.10    |
| 铅(Pb), $w/\%$                  | $\leq$ | 0.001 0 |
| 镉(Cd), $w/\%$                  | $\leq$ | 0.000 3 |
| 砷(As), $w/\%$                  | $\leq$ | 0.000 3 |

5 试验方法

5.1 警告

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。

5.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其它要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其它规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.4 焦磷酸亚锡含量的测定

5.4.1 方法提要

在酸性介质中,二价锡与硫酸铁铵反应使三价铁还原为二价铁。在硫-磷混酸条件下,以二苯胺磺酸钠作指示剂,用重铬酸钾标准滴定液滴定二价铁,从而计算出焦磷酸亚锡的含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 硫-磷混合酸:取 150 mL 硫酸加入 500 mL 水中,再加 150 mL 磷酸,稀释至 1 000 mL。

5.4.2.2 硫酸铁铵溶液:100 g/L;

称取 100 g 硫酸铁铵,溶于 250 mL 盐酸中,加水稀释至 1 000 mL。

5.4.2.3 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.4 二苯胺磺酸钠指示液:5 g/L。

5.4.3 分析步骤

5.4.3.1 测定

称取约 0.35 g 试样,准确至 0.000 2 g,迅速置于盛有 25 mL 硫酸铁铵溶液的锥形瓶中,摇动至试样溶解完全后,加水约 100 mL。加入 10 mL 硫-磷混合酸,加 2 滴二苯胺磺酸钠指示液,用重铬酸钾标准滴定液滴定溶液由无色变为紫色为终点。同时做空白试验。

5.4.3.2 空白试验

空白试验在测定试验溶液后进行,除不加试样外,其他操作和加入的试剂量(标准滴定溶液除外)与测定试验溶液相同。

5.4.4 结果计算

焦磷酸亚锡含量以焦磷酸亚锡( $\text{Sn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ )的质量分数  $w_1$  计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1\,000]cM}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V$ ——滴定试验溶液所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定空白试验所消耗的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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——焦磷酸亚锡( $1/4\text{Sn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=101.8$ )。

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%。

## 5.5 铁含量的测定

### 5.5.1 方法提要

溶液中的三价铁离子与硫氰酸铵络合呈现稳定的红色,用异戊醇进行萃取,与标准进行有机层颜色的比较。

### 5.5.2 试剂

#### 5.5.2.1 盐酸。

#### 5.5.2.2 异戊醇。

#### 5.5.2.3 盐酸溶液:1+2。

#### 5.5.2.4 硫氰酸铵溶液:称取10 g 硫氰酸铵,用水溶解,并稀释至100 mL,摇匀。

#### 5.5.2.5 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.010 mg;

用移液管移取1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液,置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

### 5.5.3 分析步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  样品,加入5 mL 盐酸溶解,煮沸,近干。冷却,用5 mL 盐酸溶解后全部转移至100 mL 比色管中,分别加入10 mL 硫氰酸铵溶液、10 mL 盐酸溶液,用水稀释到50 mL 刻度后,再加入10 mL 异戊醇摇匀。

移取5.00 mL 铁标准溶液于100 mL 比色管中,加10 mL 水、10 mL 硫氰酸铵溶液、5 mL 盐酸、10 mL 盐酸溶液,用水稀释至50 mL 刻度后,再加入10 mL 异戊醇摇匀。

试验溶液有机层的颜色不应深于标准溶液有机层的颜色。

## 5.6 硫酸盐含量的测定

### 5.6.1 方法提要

在酸性介质中加入氯化钡溶液,硫酸根离子与钡离子生成硫酸钡悬浊液,与同时同样处理的标准比浊溶液进行对比。

### 5.6.2 试剂

#### 5.6.2.1 95 %乙醇。

#### 5.6.2.2 盐酸溶液:1+1。

#### 5.6.2.3 氯化钡溶液:250 g/L。

#### 5.6.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐( $\text{SO}_4$ )0.100 mg;

用移液管移取10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

### 5.6.3 分析步骤

称取约 $4.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  试样,置于烧杯中,加10 mL 盐酸,加热使其溶解,冷却,用盐酸溶液将试液完全转移至100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

溶液静止后用中速定性滤纸干过滤,弃去10 mL 的前滤液,用移液管移取10 mL 滤液,置于50 mL

比色管中,加盐酸溶液至约 30 mL,10 mL95 %乙醇,摇匀后边摇动边滴加 3 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 5 min,所呈浊度不应深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的配制:用移液管移取 2 mL 硫酸盐标准溶液,与试样溶液同时同样处理。

**5.7 氯化物含量的测定**

**5.7.1 方法提要**

在酸性介质中加入硝酸银溶液,银离子与氯离子生成白色的氯化银悬浊液,与同时同样处理的标准比浊溶液进行对比。

**5.7.2 试剂**

**5.7.2.1** 95 %乙醇。

**5.7.2.2** 硝酸溶液:1+4。

**5.7.2.3** 硝酸溶液:1+30。

**5.7.2.4** 硝酸银溶液:17 g/L。

**5.7.2.5** 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.010 mg;

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

**5.7.3 分析步骤**

称取  $0.100\text{ g} \pm 0.001\text{ g}$  试样,置于 100 mL 干燥的烧杯中,加入 5 mL95 %乙醇搅拌,用中速定性滤纸过滤至 50 mL 比色管中,用 15 mL95 %乙醇分 3 次冲洗,洗涤液全部置于比色管中,然后边摇动边滴加 1 mL 硝酸溶液(5.7.2.2)和 1 mL 硝酸银溶液,用硝酸溶液(5.7.2.3)稀释至刻度,轻轻摇匀。静置 10 min 后,于黑背景下与标准比浊溶液比对,所产生的浊度不应深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取 5.00 mL 氯化物标准溶液,与试料同时同样处理。

**5.8 盐酸不溶物含量的测定**

**5.8.1 方法提要**

焦磷酸亚锡用盐酸溶解,经过滤、洗涤、烘干,获得盐酸不溶物的含量。

**5.8.2 试剂**

**5.8.2.1** 盐酸。

**5.8.2.2** 盐酸溶液:2+1。

**5.8.2.3** 硝酸银溶液:10 g/L。

**5.8.3 仪器**

**5.8.3.1** 玻璃砂坩埚:砂芯孔径为  $5\text{ }\mu\text{m} \sim 15\text{ }\mu\text{m}$ 。

**5.8.3.2** 电热恒温干燥箱:可控制温度  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

**5.8.4 分析步骤**

称取约 10 g 试样,精确至 0.001 g,置于盛有 20 mL 盐酸的 250 mL 烧杯中溶解,加水稀释至 50 mL,加热煮沸。趁热用已在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,残渣以盐酸溶液洗涤 5 次,每次用盐酸溶液 5 mL。再用约 200 mL 热水洗至无氯离子为止(用硝酸银溶液检查),将盛有盐酸不溶物的玻璃砂坩埚置于  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

**5.8.5 结果计算**

盐酸不溶物的质量分数以  $w_2$  计,按公式(2)计算:

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

式中:

$m_1$ ——玻璃砂坩埚和盐酸不溶物的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定算术平均值为测定结果,两次测定结果的绝对差值应不大于 0.01 %。

## 5.9 铅含量和镉含量的测定

### 5.9.1 方法提要

采用石墨炉原子吸收分光光度计,于特征波长处测定铅和镉。

### 5.9.2 试剂

#### 5.9.2.1 硝酸溶液:1+1。

#### 5.9.2.2 铅标准储备溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.010 mg;

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 5.9.2.3 铅标准溶液:1 mL 溶液含有铅(Pb)0.001 mg;

用移液管移取 10.00 mL 铅标准储备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

#### 5.9.2.4 镉标准储备溶液:1 mL 溶液含有镉(Cd)0.010 mg;

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镉标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 5.9.2.5 镉标准溶液:1 mL 溶液含有镉(Cd)0.001 mg;

用移液管移取 10.00 mL 镉标准储备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 5.9.2.6 水:符合 GB/T 6682 规定的二级水。

### 5.9.3 仪器

石墨炉原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯和镉空心阴极灯。

### 5.9.4 分析步骤

#### 5.9.4.1 工作曲线的绘制

取 4 个 100 mL 的容量瓶,按照表 2 分别移取铅标准溶液和镉标准溶液,加入 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

按仪器工作条件,将石墨炉原子吸收分光光度计于波长 283.3 nm(Pb)或 228.8 nm(Cd)处调至最佳工作状态,测量工作曲线溶液的吸光度,减去试剂空白溶液的吸光度,以铅或镉质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

表 2 铅标准溶液和镉标准溶液体积移取表

| 体积/mL     | 编 号 |      |      |      |
|-----------|-----|------|------|------|
|           | 1   | 2    | 3    | 4    |
| 铅(Pb)标准溶液 | 0   | 1.50 | 3.00 | 4.50 |
| 镉(Cd)标准溶液 | 0   | 0.20 | 0.50 | 1.50 |

#### 5.9.4.2 测定

称取约 0.2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加少量水湿润,加 10 mL 硝酸溶液,加热至沸,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀后用中速定性滤纸干过滤,弃去前 10 mL 滤液,收集滤液用于测定。同时制备空白试验溶液。

与标准系列溶液测定相同条件下,测量滤液和空白试验溶液的吸光度,分别从工作曲线上查得相应的铅和镉的质量浓度。

### 5.9.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)、镉含量以镉(Cd)的质量分数  $w_3$  计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$\rho$ ——从曲线上查得滤液中铅或镉的质量浓度的数值,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$\rho_0$ ——从曲线上查得空白试验溶液中铅或镉的质量浓度的数值,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$m$ ——试料的质量的数值,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0.0001%。

## 5.10 砷含量的测定

### 5.10.1 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法(仲裁法)

#### 5.10.1.1 方法原理

同 GB/T 23947.1—2009 第2章。

#### 5.10.1.2 试剂和材料

##### 5.10.1.2.1 硫酸溶液:1+4。

##### 5.10.1.2.2 酒石酸溶液:200 g/L。

##### 5.10.1.2.3 其他试剂和材料同 GB/T 23947.1—2009 第3章。

#### 5.10.1.3 仪器、设备

同 GB/T 23947.1—2009 第4章。

#### 5.10.1.4 分析步骤

##### 5.10.1.4.1 试验溶液的制备

称取约1.0 g 试样,精确至0.001 g,置于50 mL 烧杯中,加入5 mL 硫酸溶液,加热,微沸2 min。冷却后完全转移至定砷瓶中,加入25 mL 酒石酸溶液,摇匀,加水至40 mL。

##### 5.10.1.4.2 空白试验溶液的制备

空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入试剂的种类和量与测定试验相同。

##### 5.10.1.4.3 工作曲线绘制

按照 GB/T 23947.1—2009,5.3 的规定进行操作。

##### 5.10.1.4.4 测定

按照 GB/T 23947.1—2009,5.4 的规定进行操作。

#### 5.10.1.5 结果计算

砷含量以砷(As)的质量分数  $w_3$  计,按公式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$m_1$ ——由工作曲线查得的被测试样溶液的砷质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——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0.0001%。

## 5.10.2 砷斑法

### 5.10.2.1 方法提要

同 GB/T 23947.2—2009 第3章。

#### 5.10.2.2 试剂

##### 5.10.2.2.1 硫酸溶液:1+4。

##### 5.10.2.2.2 酒石酸溶液:200 g/L。

##### 5.10.2.2.3 其他试剂和材料同 GB/T 23947.2—2009 第6章。

#### 5.10.2.3 仪器



同 GB/T 23947.2—2009 第 7 章。

#### 5.10.2.4 分析步骤

称取  $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  试样,按照 5.10.1.4.1 的规定处理,并按照 5.10.1.4.2 的规定制备空白试验溶液,然后移取 3 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg],按照 GB/T 23947.2—2009,8.2 的规定进行操作。

### 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 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牙膏用焦磷酸亚锡为一批,每批产品不超过 5 t。

6.3 按 GB/T 6678 中规定的采样技术确定采样单元数。采样时,将采样器自袋的中心斜插入料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用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,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,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使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定检验结果是否符合标准。

### 7 标志、标签

7.1 牙膏用焦磷酸亚锡包装容器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、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

7.2 每批出厂的牙膏用焦磷酸亚锡应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

### 8 包装、运输、贮存

8.1 牙膏用焦磷酸亚锡采用双层包装:内包装采用高压聚乙烯塑料薄膜袋,热合封口;外包装采用具有遮光性能的塑料编织袋或铁桶,袋口牢固缝合、桶箍扣紧。每袋(桶)净含量 25 kg、40 kg。或根据用户要求协商确定包装方式。

8.2 牙膏用焦磷酸亚锡在运输过程中,防止雨淋,不得受潮,包装不得受到污损。不得与氧化剂同运。

8.3 牙膏用焦磷酸亚锡贮存于干燥通风的库房内,并需下垫垫层,防止受潮。不得与氧化剂同贮。

8.4 牙膏用焦磷酸亚锡在符合本标准包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于 12 个月。逾期检验合格仍可使用。

中华人民共和国

化工行业标准

牙膏用焦磷酸亚锡

HG/T 4529 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)

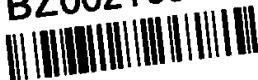
化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$  字数16千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1619

BZ002103036



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 违者必究