

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号: 50874—2015

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4830—2015

## 高纯工业品 偏磷酸铝

High purity industrial product—Aluminum metaphosphate

2015-07-29 发布

2016-01-01 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：四川明晶光电科技有限公司、中海油天津化工研究设计院、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：邱志明、李霞、邱伟、杜磊、郭浩龙、宋波、芮雪。

# 高纯工业品 偏磷酸铝

## 1 范围

本标准规定了高纯工业品偏磷酸铝的分类，要求，试验方法，检验规则，标志、标签，包装、运输和贮存。

本标准适用于高纯工业品偏磷酸铝。高纯工业品偏磷酸铝主要用作特种光学玻璃的添加剂。

## 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—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

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： $\text{Al}(\text{PO}_3)_3$

相对分子质量：263.84（按2013年国际相对原子质量）

## 4 分类

高纯工业品偏磷酸铝按照用途分为两类：

——Ⅰ类用于激光玻璃；

——Ⅱ类用于其他特种光学玻璃。

## 5 要求

5.1 外观：白色粉末。

5.2 高纯工业品偏磷酸铝按照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

项 目	指 标	
	I 类	II 类
偏磷酸铝[Al(PO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ](以干基计) w/%	99.4~100.5	99.4~100.5
铁(Fe)/(mg/kg) ≤	4	7
钴(Co)/(mg/kg) ≤	1	1
镍(Ni)/(mg/kg) ≤	1	1
铬(Cr)/(mg/kg) ≤	1	1
锰(Mn)/(mg/kg) ≤	1	1
铅(Pb)/(mg/kg) ≤	1	1
锌(Zn)/(mg/kg) ≤	1	1
铜(Cu)/(mg/kg) ≤	0.5	0.5
干燥减量 w/% ≤	1.0	1.0

6 试验方法

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

6.1 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 规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.2 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。

6.3 偏磷酸铝含量的测定

6.3.1 方法提要

在酸性介质中，以喹钼柠酮为沉淀剂将磷酸根全部形成磷钼酸喹啉沉淀，将沉淀过滤、烘干和称量，计算试样中偏磷酸铝含量。

6.3.2 试剂

6.3.2.1 氢氧化钠。

6.3.2.2 硝酸溶液：1+1。

6.3.2.3 喹钼柠酮溶液。

6.3.3 仪器、设备

6.3.3.1 银坩埚。

6.3.3.2 玻璃砂坩埚：孔径 5 μm~15 μm。

6.3.3.3 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105℃±2℃、180℃±5℃。

6.3.3.4 高温炉：温度能控制在 750℃±25℃

6.3.4 分析步骤

6.3.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.5 g 预先于 105℃±2℃下干燥至质量恒定的试样，精确至 0.000 2 g。置于银坩埚中，加入 2 g 氢氧化钠，将银坩埚置于高温炉内，于 750℃±25℃下熔融 20 min。取出，冷却，置于 200

mL 烧杯中，以 80 mL 水浸取熔融物，再加入 20 mL 硝酸溶液至溶液澄清。将溶液转移至 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.3.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液，置于 400 mL 烧杯中。加入 15 mL 硝酸溶液，加水至总体积约为 100 mL。盖上表面皿，在水浴中加热至烧杯内的溶液达到 75℃±5℃。加入 50 mL 喹钼柠酮溶液（在通风橱中进行），保温 30 s（在加入试剂和加热过程中，不应使用明火，不应搅拌，以免凝结成块）。冷却，在冷却过程中搅拌 3 次~4 次。将沉淀抽滤于预先在 180℃±5℃下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚中，先将上层清液过滤，以倾析法用洗瓶冲洗沉淀 6 次，每次用水约 30 mL，最后将沉淀移入玻璃砂坩埚中过滤，再用水洗涤沉淀 4 次。将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电热恒温干燥箱中，从温度稳定开始计时，在 180℃±5℃下干燥 45 min。取出，稍冷后，置于干燥器中冷却至室温，称量。

同时做空白试验，空白试验除不加试样外，其他加入的试剂种类和量与试验溶液完全相同，并与试验溶液同样处理。

6.3.5 结果计算

偏磷酸铝含量以偏磷酸铝 [Al(PO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] 的质量分数  $w_1$  计，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.03975}{m \times (25/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $m_1$ ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克 (g)；
- $m_2$ ——空白试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克 (g)；
- $m$ ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

0.03975——磷钼酸喹啉换算成偏磷酸铝的系数。

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%。

6.4 铁含量的测定（仲裁法）

6.4.1 方法提要

在酸性介质中，用过硫酸铵将 2 价铁离子氧化成 3 价铁离子，3 价铁离子与硫氰酸铵溶液生成红色硫氰酸铁络合物，采用分光光度法于最大吸收波长 478 nm 处进行测定。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 氢氧化钠（优级纯）。

6.4.2.2 盐酸溶液：1+1。

使用优级纯试剂配制。

6.4.2.3 过硫酸铵溶液：5 g/L。

使用优级纯试剂配制。

6.4.2.4 硫氰酸铵溶液：300 g/L。

使用优级纯试剂配制。

6.4.2.5 铁标准溶液Ⅰ：1 mL 溶液含铁 (Fe) 0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用前配制。

6.4.2.6 铁标准溶液Ⅱ：1 mL 溶液含铁 (Fe) 0.001 mg。

用移液管移取 10 mL 铁标准溶液Ⅰ，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用前配制。

6.4.3 仪器

分光光度计：配有 3 cm 比色皿。

6.4.4 分析步骤

HG/T 4830—2015

6.4.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液Ⅱ，置于 6 只 25 mL 比色管中。分别加水至约 15 mL，加入 2.0 mL 盐酸溶液、1.0 mL 过硫酸铵溶液，摇匀。再加入 2.0 mL 硫氰酸铵溶液，用水稀释至刻度，摇匀。在分光光度计上，用 3 cm 比色皿，于波长 478 nm 处，以水调零，分别测量标准溶液的吸光度。以铁的质量为横坐标、对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6.4.4.2 测定

称取约 1 g 试样，精确至 0.001 g。置于银坩埚中，加入 2.0 g 氢氧化钠。将银坩埚置于高温炉内，于 750 ℃±25 ℃下熔融 20 min。取出，冷却，将银坩埚置于烧杯内，用 20 mL 盐酸溶液浸取熔融物，煮沸至溶液澄清。冷却，转移至 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 20 mL，置于 25 mL 比色管中，加入 2.0 mL 盐酸溶液、1.0 mL 过硫酸铵溶液，摇匀。再加入 2.0 mL 硫氰酸铵溶液，摇匀。在分光光度计上，用 3 cm 比色皿，于波长 478 nm 处，以水调零，测量试验溶液的吸光度。从工作曲线上查得试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

同时做空白试验，空白试验除不加试样外，其他加入的试剂种类和量与试验溶液完全相同，并与试样同样处理。

6.4.5 结果计算

铁含量以铁（Fe）的质量分数  $w_2$  计，数值以 mg/kg 表示，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m \times (20/50) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_1$  ——由工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_0$  ——由工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$  ——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 0.5 mg/kg。

6.5 铁、钴、镍、铬、锰、铅、锌、铜含量的测定

6.5.1 方法提要

将试样溶解后，在石墨炉原子吸收分光光度计上分别测定各元素的吸光度，用工作曲线法进行定量。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 硝酸（高纯试剂）。

6.5.2.2 氢氟酸（高纯试剂）。

6.5.2.3 过氧化氢（高纯试剂）。

6.5.2.4 硝酸溶液：2+98。

6.5.2.5 硝酸溶液：1+1。

使用高纯试剂配制。

6.5.2.6 铁、钴、镍、铬、锰、铅、锌、铜混合标准溶液Ⅰ：1 mL 溶液含铁（Fe）、钴（Co）、镍（Ni）、铬（Cr）、锰（Mn）、铅（Pb）、锌（Zn）、铜（Cu）各 0.01 mg。

分别移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁（Fe）、钴（Co）、镍（Ni）、铬（Cr）、锰（Mn）、铅（Pb）、锌（Zn）、铜（Cu）标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，加入 1 mL 硝酸溶液（见 6.5.2.5），用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用前配制。

6.5.2.7 铁、钴、镍、铬、锰、铅、锌、铜混合标准溶液Ⅱ：1 mL 溶液含（Fe）、钴（Co）、镍（Ni）、铬（Cr）、锰（Mn）、铅（Pb）、锌（Zn）、铜（Cu）各 0.1 μg。

移取 1.00 mL 铁、钴、镍、铬、锰、铅、锌、铜混合标准溶液Ⅰ，置于 100 mL 容量瓶中，加入

1 mL 硝酸溶液（见 6.5.2.5），用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用前配制。

6.5.2.8 水：GB/T 6682—2008，一级水。

6.5.3 仪器

6.5.3.1 塑料容量瓶：25 mL，50 mL。

6.5.3.2 微波消解仪。

6.5.3.3 石墨炉原子吸收分光光度计：配有铁、钴、镍、铬、锰、铅、锌、铜空心阴极灯。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 仪器的清洗

清洗所有器皿前应先去污，用水冲洗，用硝酸溶液（见 6.5.2.4）浸泡 24 h，水冲洗多次，晾干，防止灰尘污染。

6.5.4.2 试验溶液的制备

称取约 0.2 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于微波消解罐中，加入 1 mL 水，沿内壁加入 5 mL 硝酸、2 mL 过氧化氢、2 mL 氢氟酸，摇匀，静置 5 min，按照选定的工作条件进行消解（20 min 内升温至 220 ℃±5 ℃，保持此温度 20 min）。消解结束后，待微波消解罐内温度与室温平衡后，取出罐体。在通风橱中打开罐子，将溶液全部转移至 25 mL 塑料容量瓶中，用少量水吹洗微波消解罐壁，洗水收集于塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。同时同样制备空白试验溶液。此试验溶液和空白试验溶液用于钴含量、镍含量、铬含量、锰含量、铅含量、铜含量的测定。

称取约 0.1 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于微波消解罐中，加入 1 mL 水，沿内壁加入 5 mL 硝酸、2 mL 过氧化氢、2 mL 氢氟酸，摇匀，静置 5 min，按照选定的工作条件进行消解（20 min 内升温至 220 ℃±5 ℃，保持此温度 20 min）。消解结束后，待微波消解罐内温度与室温平衡后，取出罐体。在通风橱中打开罐子，将溶液全部转移至 50 mL 塑料容量瓶中，用少量水吹洗微波消解罐壁，洗水收集于塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。同时同样制备空白试验溶液。此试验溶液和空白试验溶液用于铁含量、锌含量的测定。

6.5.4.3 工作曲线的绘制

取 4 个 50 mL 容量瓶，分别加入 0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 混合标准溶液Ⅱ，加入 1 mL 硝酸溶液（见 6.5.2.5），用水稀释至刻度，摇匀。此标准系列溶液Ⅰ用于钴含量、镍含量、铅含量的测定，钴（Co）、镍（Ni）、铅（Pb）的浓度分别为 0 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、30 μg/L。

取 4 个 100 mL 容量瓶，分别加入 0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 混合标准溶液Ⅱ，加入 1 mL 硝酸溶液（见 6.5.2.5），用水稀释至刻度，摇匀。此标准系列溶液Ⅱ用于铁含量、铬含量、铜含量的测定，铁（Fe）、铬（Cr）、铜（Cu）的浓度分别为 0 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、15 μg/L。

取 4 个 100 mL 容量瓶，分别加入 0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液Ⅱ，加入 1 mL 硝酸溶液（见 6.5.2.5），用水稀释至刻度，摇匀。此标准系列溶液Ⅲ用于锰含量的测定，锰（Mn）的浓度分别为 0 μg/L、2.5 μg/L、5 μg/L、10 μg/L。

取 4 个 100 mL 容量瓶，分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 混合标准溶液Ⅱ，加入 1 mL 硝酸溶液（见 6.5.2.5），用水稀释至刻度，摇匀。此标准系列溶液Ⅳ用于锌含量的测定，锌（Zn）的浓度分别为 0 μg/L、0.5 μg/L、1 μg/L、2 μg/L。

在石墨炉原子吸收分光光度计上，于表 2 给出的各杂质元素测定波长处将仪器调至最佳状态，测定各标准系列溶液中被测元素的吸光度。以被测元素的浓度为横坐标、对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

表 2 各杂质元素测定波长

杂质元素	测定波长/nm
Fe	248.3
Co	240.7
Ni	232.0
Cr	357.9
Mn	279.5
Pb	283.3
Zn	213.9
Cu	324.8

6.5.4.4 测定

在石墨炉原子吸收分光光度计上，于表 2 给出的各杂质元素测定波长处调整仪器至最佳状态，测定试验溶液和空白试验溶液中各被测元素的吸光度。从被测元素的工作曲线上查得试验溶液和空白试验溶液中被测元素的浓度。

6.5.5 结果计算

各杂质元素含量以质量分数  $w_3$  计，数值以 mg/kg 表示，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(\rho - \rho_0)V \times 10^{-6}}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $\rho$ ——由工作曲线上查出的试验溶液中被测元素的浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- $\rho_0$ ——由工作曲线上查出的空白试验溶液中被测元素的浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- $V$ ——6.5.4.2 中试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- $m$ ——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，铁、钴、镍、铬、锰、铅、锌两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 mg/kg，铜两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 mg/kg。

6.6 干燥减量的测定

6.6.1 仪器、设备

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

6.6.2 分析步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于预先于  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥至质量恒定的称量瓶中，轻轻摇动称量瓶，使样品均匀地平铺在称量瓶中，将称量瓶置于  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.6.3 结果计算

干燥减量以质量分数  $w_4$  计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\text{ }\%$$
..... (4)

式中：

- $m$ ——干燥前试样的质量的数值，单位为克（g）；
- $m_1$ ——干燥后试样的质量的数值，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 %。



7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

- a) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下，每 6 个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时，应进行型式检验：
  - 更新关键生产工艺；
  - 主要原料有变化；
  - 停产又恢复生产；
  - 与上次型式检验有较大差异；
  - 合同规定。

- b) 要求中规定的偏磷酸铝含量、铁含量、干燥减量 3 项指标为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 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高纯工业品偏磷酸铝为一批。每批产品不超过 2 t。

7.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。在洁净环境中，打开包装袋，使用专用的采样器自包装袋的上方斜插入料层深度的 3/4 处采样。将所采样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。立即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、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验，另一份保存备查。

7.4 检验结果如果有指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样复验，复验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品。

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

8 标志、标签

8.1 高纯工业品偏磷酸铝包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号（或生产日期）、本标准编号以及 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的高纯工业品偏磷酸铝都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、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。

9 包装、运输和贮存

9.1 高纯工业品偏磷酸铝采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋（厚度不小于 0.6 mm），袋口用维尼龙绳扎紧，或用与其相当的方式封口，应严密不漏；外包装采用复合塑料编织袋或包装桶，外包装袋应牢固缝合，无漏缝和跳线，外包装桶应完全密封。每袋（桶）净含量为 25 kg。或与客户协商确定包装方式和净含量。

9.2 高纯工业品偏磷酸铝在运输中应有遮盖物，防止日晒、雨淋，包装不应破损。

9.3 高纯工业品偏磷酸铝应贮存在阴凉、通风、干燥的库房内，防止日晒、雨淋。

中 华 人 民 共 和 国  
化 工 行 业 标 准  
高 纯 工 业 品 偏 磷 酸 铝  
HG/T 4830—2015  
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)  
北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部  
880mm×1230mm 1/16 印张1 字数18.9千字  
2015年11月北京第1版第1次印刷  
书号：155025·2072

---

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：14.00 元 版权所有 违者必究