

ICS 71.060.50
G 12
备案号:27332—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2528—2009

代替 HG 2528—1993

氯化磷酸三钠

Chlorinated sodium phosphate

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG 2528—1993《氯化磷酸三钠》。

本标准与 HG 2528—1993 的主要技术差异如下：

- 提高了有效氯含量的指标参数(1993 年版的 3.2, 本版的 4.2)；
- 提高了五氧化二磷的指标参数(1993 年版的 3.2, 本版的 4.2)；
- 提高了合格品中砷及重金属含量的指标参数(1994 年版的 3.2, 本版的 4.2)；
- 扩大了 pH 值指标参数的范围(1993 年版的 3.2, 本版的 4.2)；
- 标准属性由强制性改为推荐性。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准主要起草单位：中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：陆思伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 2528—1993。

氯化磷酸三钠

1 范围

本标准规定了氯化磷酸三钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装、运输、贮存。
本标准适用于热法磷酸、氢氧化钠和液氯等原料经合成制得的氯化磷酸三钠。该产品主要用于消毒、洗涤以及洗涤剂复配等。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版本均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)
- GB/T 6543—2008 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
- 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 数值修约规则及极限数值的表示和判定
- GB/T 8946—1998 塑料编织袋
- HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备
- HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备
- HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式、分子量

分子式： $(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O})_4 \cdot \text{NaOCl}$
相对分子质量：1594.90(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观：白色结晶或结晶形粉末。
- 4.2 氯化磷酸三钠应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
有效氯(以 Cl 计) $w/\%$	≥ 3.2	2.8
五氧化二磷(P_2O_5) $w/\%$	≥ 18.0	17.5
砷(As) $w/\%$	≤ 0.001	0.003
重金属(以 Pb 计) $w/\%$	≤ 0.001	0.003
pH 值(10 g/L 溶液)	11.4~12.0	

5 试验方法

5.1 安全提示

本标准试验方法中使用的试剂具有毒性、腐蚀性,操作者须小心谨慎!加热时应在通风良好的通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

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。试验中所用标准滴定溶液、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 外观的判别

在自然光下用目视法判别。

5.4 有效氯含量的测定

5.4.1 方法提要

试样在酸性条件下与碘化钾作用,析出的碘以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定,根据硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗量确定有效氯含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 碘化钾;

5.4.2.2 乙酸溶液:1+1;

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

5.4.2.4 淀粉指示液:5 g/L。

5.4.3 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 碘量瓶中,加 50 mL 水溶解,加 2 g 碘化钾及 30 mL 乙酸溶液,摇匀,于暗处放置 10 min。加 100 mL 水,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。近终点时,加 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色刚消失。同时做空白试验。

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验相同。

5.4.4 结果计算

有效氯含量以氯(Cl)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0) / 1000] c M}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——滴定空白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 ——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 ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

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 %。

5.5 五氧化二磷含量的测定

5.5.1 方法提要

在硝酸介质中,试样与加入的喹钼柠酮沉淀剂生成磷钼酸喹啉沉淀。经过滤、干燥、称量后,确定五氧化二磷含量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 硝酸溶液:1+1;

5.5.2.2 喹钼柠酮溶液。

5.5.3 仪器、设备

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

5.5.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 或 $250\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水溶解。加 5 mL 硝酸溶液,加热至微沸,待溶液减少至约 10 mL 后,停止加热,冷却。将冷却后的溶液全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用中速滤纸过滤于锥形瓶中(弃去最初 20 mL 滤液),即为试验溶液。

5.5.4.2 空白试验溶液的制备

在制备试验溶液的同时,除不加试样外,其他操作和加入试剂的种类和量与制备试验溶液相同。

5.5.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液、10 mL 空白试验溶液。分别置于 250 mL 烧杯中,加 15 mL 硝酸溶液和 80 mL 水,再加入 50 mL 喹钼柠酮溶液。盖上表面皿,在水浴中加热至烧杯内溶液达 $75\ ^\circ\text{C}$,保持 30 s(在加试剂和加热过程中,不得使用明火,不得搅拌,以免结块)。取出并冷却至室温,冷却过程中搅拌 3~4 次。用预先在 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 或 $250\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 下质量恒定的玻璃砂坩埚过滤。先将上层清液过滤,以倾泻法用洗瓶冲洗沉淀 6 次,每次用水约 30 mL。最后将沉淀移入玻璃砂坩埚内,再用水洗涤 4 次。将玻璃砂坩埚连同沉淀放入电烘箱中,从温度稳定后开始计时,温度控制在 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 干燥 45 min 或 $250\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 干燥 30 min。取出,置于干燥器中冷却至室温,称量。

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,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.032\ 07}{m \times (10/250)} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——空白试验溶液中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);

0.032 07——将磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

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 0.1 %。

5.6 砷含量的测定

5.6.1 方法提要

在酸性溶液中,以碘化钾、氯化亚锡将高价砷还原为三价砷。三价砷与新生态氢作用,生成砷化氢气体,在溴化汞试纸上形成棕黄色砷斑,与标准色斑进行比较。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 无砷金属锌;

5.6.2.2 盐酸溶液:1+1;

5.6.2.3 碘化钾溶液:150 g/L;

5.6.2.4 氯化亚锡溶液:400 g/L;

5.6.2.5 乙酸铅棉花;

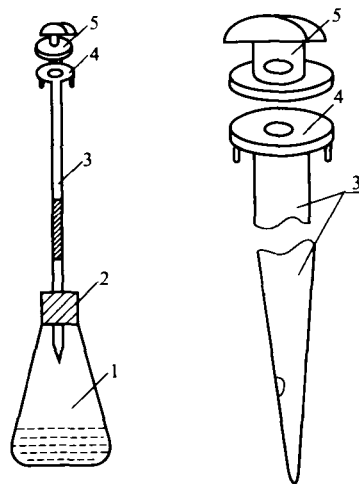
5.6.2.6 溴化汞试纸;

5.6.2.7 砷标准溶液:1 mL 溶液含有砷(As)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液应在使用当天配置。

5.6.3 仪器、设备

测砷装置:如图 1 所示。使用时将玻璃帽盖在玻璃管上端管口,使圆孔互相吻合,将溴化汞试纸夹在中间,用橡皮圈或其他适宜的方法将玻璃帽与玻璃管固定。



- 1——锥形瓶;
- 2——橡胶塞;
- 3——玻璃管;
- 4——玻璃管上端管口;
- 5——玻璃帽。

图 1 测砷装置

- a) 锥形瓶:容积为 200 mL。
- b) 玻璃管:长 180 mm,上部直径为 6.5 mm,管的末端有一直径约为 2 mm 的孔。使用前装入乙酸钠棉花,高约 60 mm。玻璃管的上端管口表面磨平,下面有四个耳钩,供固定玻璃帽用。
- c) 玻璃帽:下面磨平,中央有孔与玻璃管相通,孔直径 6.5 mm,上面有弯月形凹槽。

5.6.4 分析步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于锥形瓶中,加 10 mL 水和 5 mL 盐酸溶液,加热至沸并保持微沸 5 min,冷却。用水稀释至约 60 mL。加 10 mL 盐酸溶液,摇匀。加 5 mL 碘化钾溶液及 0.5 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 10 min。加 2.5 g 无砷锌,立即按图 1 装好装置,于暗处在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 放置 1 h ~ 1.5 h,取出溴化汞试纸,所呈砷斑不得深于标准色斑。

标准色斑是用移液管移取 1.00 mL(一等品)、3.00 mL(合格品)的砷(As)标准溶液,与样品同时同样处理。

5.7 重金属含量的测定

5.7.1 方法提要

在弱酸性溶液中,重金属离子与二价硫离子生成有色硫化物沉淀,重金属离子含量较低时生成稳定的暗色悬浮液,可用于重金属的目视比色法测定。

5.7.2 试剂和材料

- 5.7.2.1 硝酸溶液:1+1;
- 5.7.2.2 氨水溶液:2+3;
- 5.7.2.3 乙酸溶液:1+1;
- 5.7.2.4 饱和硫化氢水:使用前制备;
- 5.7.2.5 铅标准溶液:1 mL 溶液含有铅(Pb)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 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。此溶液应在使用当天配制。

5.7.3 分析步骤

5.7.3.1 试验溶液的制备

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 水和 1 mL 硝酸溶液。加热至沸,保持微沸 5 min,冷却。再加 10 mL 水和 0.5 mL 硝酸溶液,用氨水调至 $\text{pH} \approx 5$ (用精密试纸检验)。

5.7.3.2 测定

将试验溶液全部转移至 50 mL 比色管中,加入 0.5 mL 乙酸溶液,用水稀释至约 40 mL。加入饱和硫化氢水至刻度,摇匀。于暗处放置 10 min,所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 1 mL (一等品)、3 mL (合格品) 的铅标准溶液与试样同时同样处理。

5.8 pH 值的测定

5.8.1 方法提要

将指示电极和参比电极浸入试验溶液中,构成一原电池。其电动势与溶液的 pH 值有关,通过测量原电池的电动势,即可得出溶液的 pH 值。

5.8.2 仪器、设备

酸度计:精度为 0.1 pH 单位,配有玻璃电极和饱和甘汞电极或复合电极。

a) 玻璃电极:使用前须在水中浸泡 24 h 以上,并浸于水中保存;

b) 饱和甘汞电极:使用前用饱和氯化钾将内部充满并有少量结晶。

5.8.3 分析步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水溶解。用已校正过的酸度计测定溶液的 pH 值。

为确保测得结果准确,可重复校正酸度计及测定试验溶液,直到 pH 读数至少稳定 1 min 为止。

6 检验规则

6.1 本标准要求中规定的所有项目均为出厂检验项目,应逐批进行检验。

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同一级别的氯化磷酸三钠为一批,每批产品不超过 5 t。

6.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一包装为一包装单元。采样时,从每个选取的包装单元中,取出不少于 50 g 的样品,将所采的样品混匀后按四分法缩分至约 500 g,立即装入两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中,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,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

6.4 生产厂应保证每批出厂的氯化磷酸三钠都符合本标准的要求。

6.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的采样单元数的包装中采样复验,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。

6.6 采用 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 氯化磷酸三钠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、净含量、批号(或生产日期)、保质期和本标准编号,以及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的氯化磷酸三钠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和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 氯化磷酸三钠采用两种方式包装。

8.1.1 双瓦楞纸箱与塑料袋包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为 0.05 mm。每袋净含量 500 g 或 250 g 或 50 g。外包装采用双瓦楞纸箱,其综合尺寸、性能和检验方法应符合 GB/T 6543—2008 中 2 类产品的规定。该产品每箱净含量 20 kg 或根据用户要求确定包装的规格尺寸。

8.1.2 塑料编织袋与聚乙烯薄膜袋。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946—1998 的规定。每袋净含量为 50 kg 或 25 kg。

8.2 氯化磷酸三钠包装程序。内袋扎口或用相应的方式封口,外包装根据不同的包装形式采用相应的封口方式,要求封口牢固,不应有开口、受潮和泄漏现象。

8.3 氯化磷酸三钠在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。不得与酸类物质混运。

8.4 氯化磷酸三钠应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮,防止日晒、受热,不得与酸类物质混贮。

8.5 在符合本标准包装、贮存、运输的条件下,该产品从出厂之日起 6 个月内,有效氯含量损失率不应大于 5 %。
