

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2520—93

工业亚磷酸

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业亚磷酸的技术要求,试验方法,检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以三氯化磷水解法制得的结晶工业亚磷酸。该产品主要适用于亚磷酸盐、合成纤维和有机磷农药等生产原料,还用于生产高效水处理剂 ATMP。

分子式: H_3PO_3

相对分子质量:82.00(按1989年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法

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

3 技术要求

3.1 外观:白色结晶。

3.2 工业亚磷酸应符合下表要求:

项 目	指 标	
	一等品	合格品
主含量(以 H_3PO_3 计) \geq	98.0	97.0
氯化物(以 Cl 计)含量 \leq	0.01	0.02
铁(Fe)含量 \leq	0.001	0.005
磷酸盐(以 PO_4 计)含量 \leq	0.2	0.6
硫酸盐(以 SO_4 计)含量 \leq	0.008	0.01

中华人民共和国化学工业部 1993-09-08批准

1994-07-01实施

4 试验方法

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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

4.1 主含量的测定

4.1.1 方法提要

在试验溶液中,以百里香酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定,根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量,确定亚磷酸含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 氢氧化钠(GB/T 629)标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约为1.0 mol/L;

4.1.2.2 百里香酚酞(GB/T 10728)指示液:1 g/L。

4.1.3 分析步骤

称取约1 g 试样,精确至0.000 2g,置于250 mL 锥形瓶中,加80 mL 水溶解,加3滴百里香酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅蓝色即为终点。同时做空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的主含量(以 H_3PO_3 计)(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.041\ 00}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: V ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.041 00——与1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的亚磷酸的质量。

4.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定的绝对差值不大于0.2%。

4.2 氯化物含量的测定

4.2.1 方法提要

在硝酸介质中,试验溶液中氯离子与硝酸银试剂生成难溶的氯化银,当氯离子含量较低时,在一定时间内氯化银呈悬浮体,使溶液混浊。试验溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 硝酸(GB/T 626)溶液:1+3;

4.2.2.2 硝酸银(GB/T 670)溶液:17 g/L;

4.2.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含0.100 mg Cl。

4.2.3 分析步骤

称取约0.5 g 试样,精确至0.01 g,置于50 mL 比色管中,加入 20 mL 水溶解,再加2 mL 硝酸溶液和2 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置10 min 后,所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取0.5 mL(一等品)、1 mL(合格品)的氯化物标准溶液分别置于50 mL 比色管中,与试验溶液同时进行同样处理。

4.3 铁含量的测定

4.3.1 方法提要

同 GB/T 3049第2条。

4.3.2 试剂和材料

同 GB/T 3049 第3条。

4.3.3 仪器、设备

同 GB/T 3049 第4条。

4.3.4 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049 第5.3条的规定使用3 cm 吸收池及相应铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

4.3.5 分析步骤

4.3.5.1 试验溶液的制备

称取约2 g 试样,精确至0.01 g,置于100 mL 容量瓶中,加40 mL 水。

4.3.5.2 空白试验溶液的制备

取40 mL 水,置于100 mL 容量瓶中。

4.3.5.3 测定

取试验溶液和空白试验溶液,按 GB/T 3049 第5.4条从“必要时,加水至60 mL……”开始至“测量试液……吸光度”为止,进行操作。

4.3.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——从工作曲线查出的试验溶液中铁的质量,g;

m_2 ——从工作曲线查出的空白试验溶液中铁的质量,g;

m ——试料的质量,g。

4.3.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定的绝对差值不大于0.000 3%。

4.4 磷酸盐含量的测定

4.4.1 方法提要

试验溶液中的磷酸根离子,与加入的镁混合液反应,生成难溶物。当磷酸根离子含量较低时,在一定时间内难溶物呈悬浮体,使溶液混浊,试验溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 氨水(GB/T 631)溶液:2+3;

4.4.2.2 盐酸(GB/T 622)溶液:1+4;

4.4.2.3 镁混合液:

配制:称取5.5 g 氯化镁(GB/T 672)和7 g 氯化铵(GB/T 658)置于200 mL 烧杯中,加65 mL 水溶解,再加35 mL 氨水(GB/T 631),放置24 h,必要时过滤。

4.4.2.4 磷酸盐标准溶液:1 mL 溶液含0.100 mg PO_4 。

4.4.3 分析步骤

4.4.3.1 试验溶液的制备

称取2 g 试样,精确至0.01 g,置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.3.2 测定

用移液管移取10 mL 溶液,置于25 mL 比色管中,加5 mL 氨水溶液和5 mL 镁混合液,用水稀释至刻度,摇匀。放置10 min 后,所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取4 mL(一等品)、12 mL(合格品)磷酸盐标准溶液,分别置于25 mL 比色管中,用盐酸溶液调节 $\text{pH} \approx 2$ 后,与试样同时进行同样处理。

4.5 硫酸盐含量测定

4.5.1 方法提要

在盐酸介质中,试验溶液中硫酸根与氯化钡试剂生成难溶的硫酸钡。当硫酸根离子含量较低时,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体,使溶液混浊,试验溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+4;

4.5.2.2 硫酸钾(HG 3—920)乙醇溶液:0.2 g/L;

4.5.2.3 氯化钡(GB/T 652)溶液:250 g/L;

4.5.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含0.010 mg SO_4 。用移液管移取10 mL 按 GB/T 602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。该溶液使用前制备。

4.5.3 分析步骤

4.5.3.1 试验溶液的制备

称取约1 g 试样,精确至0.01 g,置于25 mL 比色管中,加10 mL 水和0.5 mL 盐酸溶液,摇匀。

4.5.3.2 测定

取0.25 mL 硫酸钾乙醇溶液和1 mL 氯化钡溶液,混合后加入到试验溶液中,用水稀释至刻度,摇匀。放置5 min 后,所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取8 mL(一等品)、10 mL(合格品)硫酸盐标准溶液,分别置于25 mL 比色管中,与试样同时进行同样处理。

5 检验规则

5.1 工业亚磷酸应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的工业亚磷酸产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书。内容包括:生产厂名、产品名称、等级、净重、批号或生产日期,产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定,对所收到的工业亚磷酸产品进行验收。

5.3 每批产品不超过5 t。

5.4 按照 GB/T 6678第6.6条的规定,确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的中心垂直线插入至料层深度的3/4处采样,将采得的样品迅速混匀后,按四分法缩分至约500 g,立即分装于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。一瓶用于检验、另一瓶保存三个月,备查。

5.5 检验结果如有一项指示不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行核验,核验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,应按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

5.7 采用 GB 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业亚磷酸包装桶上应印有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期及本标准编号,以及按 GB 190规定的标志20“腐蚀品”标志和 GB 191规定的标志7“怕湿”标志。

6.2 工业亚磷酸采用三层包装。内包装采用两层聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸:700 mm×850 mm 或 500 mm×500 mm,厚度为0.1 mm。外包装采用密封全开口铁桶或纤维板桶,规格尺寸:φ420 mm×450 mm 或 φ300 mm×400 mm,厚度为1 mm 铁板或4 mm 纤维板。每批包装材料的性能和检验方法应符合有关规定。工业亚磷酸每桶净重50 kg 或25 kg。

6.3 工业亚磷酸的包装,两层内袋用维尼龙绳或其质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口。铁桶或纤维板桶用桶盖盖好,用卡紧圈卡紧,用 T 型铁销销好。

- 6.4 工业亚磷酸在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮,严禁与碱类及氧化性物品混运。
- 6.5 工业亚磷酸应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、日晒、受潮、受热。严禁与碱类及氧化性物品混贮。
-

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院、江苏省盐城市电化厂和浙江省建德化工厂负责起草。

本标准主要起草人陆思伟、征汉年、陆翠娥、李光明。