

备案号:2766—1999

HG/T 2968—1999

前 言

本标准非等效采用美国材料与试验协会标准 ASTM D 595:1985(1990 年确认)《无水焦磷酸钠规格》,是对化工行业标准 HG/T 2968—1988《工业焦磷酸钠》修订而成。本标准与 ASTM 标准的主要技术差异如下:

1 ASTM 标准为无水焦磷酸钠规格;本标准分为两类:无水焦磷酸钠和十水合焦磷酸钠,其中无水焦磷酸钠分为三个等级:优等品、一等品、合格品。

2 ASTM 标准设主含量、水不溶物两项指标;本标准根据我国产品的实际生产情况,增加了 pH 值、正磷酸盐指标。

3 ASTM 标准水不溶物指标为 0.20%;本标准十水合焦磷酸钠的水不溶物指标为 0.10%。

4 在分析方法上,主含量的分析方法本标准等同采用了美国材料与试验协会标准 ASTM D 501:1989《碱性洗涤剂的采样和化学分析方法——焦磷酸钠的测定方法》,与国际标准 ISO 2999《工业用焦磷酸钠——焦磷酸盐含量测定——电位测定法》等效。

本标准的要求、试验方法与 HG/T 2968—1988 基本一致,在范围和标志、包装、运输、贮存等方面作了适当修改。

本标准从生效之日起,同时代替 HG/T 2968—1988。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部无机盐产品标准化技术归口单位归口。

本标准起草单位:化工部天津化工研究院、连云港红旗化工厂。

本标准主要起草人:刘真、时洁、潘杭军。

本标准 1988 年 3 月首次发布为国家标准,1992 年由国家标准调整为推荐性化工行业标准。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

工业焦磷酸钠

代替 HG/T 2968—1988

Sodium pyrophosphate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业焦磷酸钠的要求、试验方法、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业焦磷酸钠,该产品主要用于洗涤剂、精漂的助剂、水处理剂及电镀和石油钻探等方面。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—90 包装储运图示标志

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6679—86 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8946—88 塑料编织袋

3 分类

工业焦磷酸钠分为无水焦磷酸钠和十水合焦磷酸钠二类。

3.1 无水焦磷酸钠

分子式: $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$

相对分子质量:265.90(按1995年国际相对原子质量)

3.2 十水合焦磷酸钠

分子式: $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:446.05(按1995年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:本品为白色粉末或结晶。

4.2 技术指标应符合表1要求。

表 1 要求

项 目	指 标			
	无水焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$)			十水合焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)
	优等品	一等品	合格品	
主含量/% \geq	97.5	96.5	95.5	98.0
水不溶物含量/% \leq	0.20			0.10
pH 值(10 g/L 溶液)	9.9~10.7			
正磷酸盐	通过试验			

5 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 规定制备。

安全提示:试验中使用强酸强碱时需小心谨慎。

5.1 焦磷酸钠含量的测定

5.1.1 方法提要

焦磷酸钠与盐酸反应生成焦磷酸二氢二钠,向溶液中加入硫酸锌,生成焦磷酸锌沉淀和硫酸,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定生成的硫酸。

本方法仅用于测定焦磷酸钠,当有聚磷酸盐存在时,此法不准确。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 盐酸溶液:1+20 和 1+100。

5.1.2.2 硫酸溶液:1+500。

5.1.2.3 硫酸锌溶液:125 g/L(调至 pH 为 3.8)。

配制:将 125 g 硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶解于水,稀释至 1 L,在 pH 计上,用硫酸溶液或氢氧化钠溶液将 pH 值调至 3.8。

5.1.2.4 无水焦磷酸钠:将焦磷酸钠从水中重结晶三次后[制备方法见附录 A(标准的附录)],置于铂坩埚中,在 400 °C 下灼烧至恒重。

5.1.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约为 0.1 mol/L。

标定:称量约 0.5 g 无水焦磷酸钠(5.1.2.4)(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 烧杯中,加 90 mL 水溶解,在搅拌下加入盐酸溶液调至溶液 pH 为 3.8,然后按 5.1.4 中所述步骤,从“加入 50 mL 硫酸锌溶液……”开始进行标定。

每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸钠的克数(T)按式(1)计算:

$$T = \frac{m_1}{V_1} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——称量无水焦磷酸钠(5.1.2.4)的质量,g;

V_1 ——标定中消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL。

5.1.3 仪器和设备

5.1.3.1 电位滴定仪或 pH 计:分度值为 0.01 mV 或 0.1 pH 单位。

5.1.3.2 磁力搅拌器。

5.1.4 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确至 0.000 2 g),将试样溶于水,转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度并摇匀,必要时过滤。

用移液管移取 50 mL 试验溶液置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 水,在搅拌下慢慢加入盐酸溶液调至溶液 pH 为 3.8。加入 50 mL 硫酸锌溶液,搅拌 5 min。在搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液的 pH 接近 3.6 停止滴定,搅拌 2 min 使溶液达到平衡,继续滴定至 pH 为 3.8,此时每加一滴后要搅拌 30 s。

5.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$)含量(X_1)按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{TV_2}{m \times \frac{50}{500}} \times 100 = \frac{1\,000\,TV_2}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

以质量百分数表示的十水合焦磷酸钠 X_1 (以 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 计)含量(X_1)按式(3)计算:

$$X_1 = \frac{TV_2 \times 1.678}{m \times \frac{50}{500}} \times 100 = \frac{1.678\,TV_2}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: T ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于无水焦磷酸钠的克数, g/mL;

V_2 ——滴定试验溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

1.678——将无水焦磷酸钠换算为十水合焦磷酸钠的系数。

5.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

5.2 水不溶物含量的测定

5.2.1 方法提要

试样溶于水后,经过滤、洗涤、干燥后称量。

5.2.2 仪器和设备

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

5.2.2.2 电烘箱:控制温度 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.2.3 分析步骤

称量 20.0 g 试样(精确至 0.1 g),置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水并加热溶解,用预先于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下恒重的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗涤至滤液不呈碱性,用广泛 pH 试纸检验。将玻璃砂坩埚置于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱中烘至恒重。

5.2.4 分析结果的表示和计算

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_2)按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚质量, g;

m_2 ——残渣和玻璃砂坩埚的质量, g;

m ——试料的质量, g。

5.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.3 pH 值的测定

5.3.1 方法提要

将玻璃电极和参比电极浸入试验溶液中,构成一原电池,其电位与溶液的 pH 值有关,通过测量原电池的电位即可得出溶液的 pH 值。

5.3.2 试剂和材料

无二氧化碳的水。

5.3.3 仪器、设备

pH 计:分度值为 0.1 pH 单位。

5.3.4 分析步骤

将参比电极和测量电极与酸度计连接好,预热、调零、定位。

称取约 1 g 试样(精确至 0.01g),置于 100 mL 烧杯中,用无二氧化碳的水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。倒入 100 mL 干燥的烧杯中,用 pH 计测定试验溶液的 pH 值。

5.3.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 pH 单位。

5.4 正磷酸盐的检验

5.4.1 试剂和材料

硝酸银溶液:50 g/L。

5.4.2 分析步骤

称取 1.0 g 研成粉末的试样,加 2~3 滴硝酸银溶液,不得产生明显的黄色。

6 检验规则

6.1 本标准要求中规定的所有四项指标为型式检验项目,其中主含量、pH 值、正磷酸盐为常规检验项目,应逐批检验。在正常情况下,三个月至少进行一次型式检验。

6.2 每批产品不超过 10 t。

6.3 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 规定确定采样单元数。每一袋为一包装单元。

采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,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、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。

6.4 工业焦磷酸钠应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验,生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求。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的要求时,则整批产品为不合格。

6.5 按 GB/T 1250—1989 中 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 工业焦磷酸钠包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、类别、等级、净含量、批号或生产日期、保存期、本标准编号,以及 GB 191 中的“怕湿”标志。

7.2 每批出厂的工业焦磷酸钠都应附有质量证明书。内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7.3 工业焦磷酸钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.07 mm;外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946B 型的规定。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。

7.4 工业焦磷酸钠的包装,薄膜袋用维尼龙绳或其质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

7.5 工业焦磷酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混运。防止污染。

7.6 工业焦磷酸钠应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮、日晒。

附 录 A

(标准的附录)

三次结晶焦磷酸钠的制备方法

第一次结晶:称量 30 g 工业无水焦磷酸钠,置于 400 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加热溶解,用中速定量滤纸过滤。将滤液在冷水浴中冷却,析出结晶,倾出溶液,用少量水洗涤结晶二次。

第二次结晶:将第一次结晶用少量水加热溶解,在冷水浴中冷却,析出结晶,倾出溶液。

第三次结晶:将第二次结晶按第二次结晶方法再结晶一次。

如果使用试剂十水焦磷酸钠时,则称量 80 g,按第一次和第二次结晶方法操作。
