

ICS 71.100.40

G 77

备案号:30114—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2837—2010

代替 HG/T 2837—1997

水处理剂 聚偏磷酸钠

Water treatment chemicals—Sodium polymetaphosphate

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准对应于 AWWA B 502—2005《玻璃状聚磷酸钠(六偏磷酸钠)》(英文版),与 AWWA B 502—2005 的一致性程度为非等效。

本标准与 AWWA B 502—2005 的主要差异为:

- 总磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量高于 AWWA B 502—2005;
- 增加了非活性磷酸盐指标;
- 增加了筛余物的测定;
- 各项试验方法的操作条件不完全相同。

本标准代替 HG/T 2837—1997《水处理剂 聚偏磷酸钠》。本标准与 HG/T 2837—1997 的主要差异为:

- 取消了产品的分等分级;
- 增加了容量法测定总磷酸盐含量的方法;
- 增加了筛余物的测定;
- 删除了附录 A“平均聚合度测定试验记录格式举例”。

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水处理剂分会(SAC/TC63/SC5)归口。

本标准负责起草单位:河南清水源科技股份有限公司、徐州天嘉食用化工有限公司、广州市特种承压设备检测研究院、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:李真理、张振兴、马博群、邵宏谦、陈文辉、赵军明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

- GB/T 10532—1989;
- HG/T 2837—1997

水处理剂 聚偏磷酸钠

1 范围

本标准规定了水处理剂 聚偏磷酸钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和安全要求。

该产品主要用作工业循环冷却水的缓蚀剂。

分子式： $[\text{NaPO}_3]_n$, $n=10\sim 20$

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 包装储运图示标志(GB/T 191—2008, mod ISO 780 : 1997)

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛

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 6682—2008, mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8946 塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观:白色颗粒。

3.2 水处理剂 聚偏磷酸钠的技术指标应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标
总磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量/%	≥ 68.0
非活性磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量/%	≤ 7.5
水不溶物含量/%	≤ 0.05
铁(以 Fe 计)含量/%	≤ 0.05
pH 值(10 g/L 水溶液)	5.8~6.5
溶解性	全溶
平均聚合度, n	10~20
筛余物(420 μm 筛网)/%	≤ 5

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

安全提示:本标准使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意,溅到身上时,用大量水冲洗。

4.1 总磷酸盐含量的测定

4.1.1 重量法(仲裁法)

4.1.1.1 方法提要

在酸性溶液中试样全部水解为正磷酸盐。加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥、称量。

4.1.1.2 试剂和材料

4.1.1.2.1 硝酸;

4.1.1.2.2 硝酸溶液:1+1;

4.1.1.2.3 喹钼柠酮溶液。

制备方法:

溶液 I:称取 70 g 钼酸钠,溶于 150 mL 水中。

溶液 II:称取 60 g 柠檬酸,溶于 85 mL 硝酸和 150 mL 水的混合液中。

溶液 III:量取 5 mL 喹啉,溶于 35 mL 硝酸和 100 mL 水的混合液中。

在不断搅拌下,先将溶液 I 缓慢加入到溶液 II 中,再将溶液 III 缓慢加入到溶液 II 中。混匀,放置 24 h,过滤。在滤液中加入 280 mL 丙酮,用水稀释至 1 000 mL,混匀。贮于棕色瓶或聚乙烯瓶中。

4.1.1.3 仪器、设备

坩埚式过滤器:滤板孔径为 5 μm~15 μm。

4.1.1.4 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解。全部转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。此为试液 A。

移取 15.00 mL 试液 A,置于 400 mL 高型烧杯中,加 15 mL 硝酸溶液、70 mL 水。煮沸 15 min,趁热加入 50 mL 喹钼柠酮溶液,煮沸 1 min。冷却至室温。

用已于(180±5)℃下恒重的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀三次,每次用水约 15 mL。将沉淀移入坩埚式过滤器中,继续用水洗涤,所用洗水共约 150 mL。于(180±5)℃下烘干至恒重。

4.1.1.5 结果计算

总磷酸盐(以 P₂O₅ 计)含量以质量分数 w₁ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \frac{M_1}{2M_2}}{m \frac{15}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m₁——磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);

m——试料的质量的数值,单位为克(g);

M₁——五氧化二磷的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M₁ = 141.94);

M₂——磷钼酸喹啉的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M₂ = 2212.73)。

4.1.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

4.1.2 容量法

4.1.2.1 方法提要

在酸性溶液中试样全部水解为正磷酸盐,与氢氧化钠标准滴定溶液反应,根据从 pH 3.9 到 pH 8.8

所消耗的体积来计算总磷酸盐含量。

4.1.2.2 试剂和材料

4.1.2.2.1 盐酸；

4.1.2.2.2 磷酸二氢钾(KH_2PO_4): 优级纯；

4.1.2.2.3 氢氧化钠溶液: 240 g/L；

4.1.2.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 1 mol/L。

4.1.2.3 仪器、设备

酸度计: 精度 0.02 pH 单位, 配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

4.1.2.4 分析步骤

1) 称取 4.000 0 g 试样, 精确至 0.2 mg, 置于 400 mL 烧杯中。加入 200 mL 水和 15 mL 盐酸。

2) 盖上表面皿, 煮沸后用小火保持沸腾至少 30 min, 冷却至室温。用少量水洗涤烧杯壁和表面皿。

3) 用氢氧化钠溶液调节 pH 值至约为 3.0。煮沸、冷却, 加水至 200 mL。用 pH 缓冲溶液校准酸度计, 调节样品溶液 pH 值为 3.9。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 pH 8.8。记录从 pH 3.9 到 pH 8.8 所滴定的体积 V_1 (mL)。

4) 用磷酸二氢钾(KH_2PO_4)重复上述操作, 记录从 pH 3.9 到 pH 8.8 所滴定的体积 V_2 (mL)。

4.1.2.5 结果计算

总磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量以质量分数 w_1 计, 数值以 % 表示, 按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{V_1 M_1}{V_2 (2M_2)} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——滴定样品溶液从 pH 3.9 到 pH 8.8 所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定磷酸二氢钾从 pH 3.9 到 pH 8.8 所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

M_1 ——五氧化二磷的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M_1 = 141.94$);

M_2 ——磷酸二氢钾的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M_2 = 136.08$)。

4.1.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

4.2 非活性磷酸盐含量的测定

4.2.1 方法提要

在试液中加入氯化钡, 与聚偏磷酸钠生成沉淀, 过滤。在滤液中加入酸, 使其余磷酸盐水解为正磷酸盐, 加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀, 过滤、洗涤、干燥、称量。

4.2.2 试剂和材料

4.1.1.2 规定的试剂和材料以及氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液: 25 g/L。

4.2.3 仪器、设备

坩埚式过滤器: 滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

4.2.4 分析步骤

移取 50.00 mL 试液 A, 置于 100 mL 容量瓶中, 在不断摇动下加入 30 mL 氯化钡溶液, 充分摇动使沉淀完全。用水稀释至刻度, 摇匀, 干过滤。移取 50.00 mL 滤液, 置于 400 mL 高型烧杯中, 加 15 mL 硝酸溶液(1+1)、35 mL 水。煮沸 15 min, 趁热加入 20 mL 喹钼柠酮溶液, 煮沸 1 min。冷却至室温。

用已于(180±5)°C 下恒重的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀三次, 每次用水 15 mL。将沉淀移入坩埚式过滤器中, 继续用水洗涤。所用洗水共约 150 mL。于(180±5)°C 下烘干至

恒重。

4.2.5 结果计算

非活性磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \frac{M_1}{2M_2}}{m \times \frac{50}{500} \times \frac{50}{100}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——五氧化二磷的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 141.94$);

M_2 ——磷钼酸喹啉的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 2212.73$)。

4.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

4.3 水不溶物含量的测定

4.3.1 仪器、设备

坩埚式过滤器:滤板孔径为 $5\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ 。

4.3.2 分析步骤

称取约 30 g 研磨后的试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水,加热至沸使之溶解。趁热用已于 $105\ ^\circ\text{C} \sim 110\ ^\circ\text{C}$ 恒重的坩埚式过滤器过滤,用热水洗涤 10 次,每次用水 20 mL。在 $105\ ^\circ\text{C} \sim 110\ ^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重。

4.3.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——水不溶物和坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.3.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005%。

4.4 铁含量的测定

4.4.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中的三价铁还原成二价铁。在 pH 值为 2~9 时,二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色配合物。使用分光光度计在最大吸收波长(510 nm)下测其吸光度。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸溶液:1+1;

4.4.2.2 氨水溶液:1+3;

4.4.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH \approx 4.5;

4.4.2.4 抗坏血酸溶液:20 g/L,使用期限 10 d;

4.4.2.5 邻菲罗啉溶液:2 g/L;

4.4.2.6 铁标准溶液:1 mL 含有 0.010 mg Fe。

移取 10.00 mL 按 GB/T 602—2002 中表 1 配制的 0.1 mg/mL 铁(Fe)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。

4.4.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

4.4.4 校准曲线的绘制

在七个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL(试剂空白)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液。

每个容量瓶都按下述规定同样处理:

加水至约 40 mL,用盐酸溶液调整溶液 pH 值接近 2(用精密 pH 试纸检验)。加 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、5 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

使用分光光度计,用 3 cm 的吸收池,在 510 nm 波长处,以水为参比测定其吸光度。

以铁含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.4.5 分析步骤

4.4.5.1 试液的制备

称取约 2.5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中。加 100 mL 水、10 mL 盐酸溶液,加热煮沸 15 min,冷却。全部转移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 空白试液的制备

在 250 mL 烧杯中加 100 mL 水、10 mL 盐酸溶液,加热煮沸 15 min,冷却。全部转移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.3 测定

移取 10.00 mL 试液和 10.00 mL 空白试液,分别置于 100 mL 容量瓶中,加 30 mL 水,用氨水溶液调整溶液 pH 值接近 2(用精密 pH 试纸检验)。以下按 4.4.4“加 2.5 mL 抗坏血酸溶液……以水为参比测定其吸光度”操作。

4.4.6 结果计算

铁(以 Fe 计)含量以质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试液的吸光度从校准曲线上查出的铁的量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——根据测得的空白试液的吸光度从校准曲线上查出的铁的量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.4.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

4.5 pH 值的测定

4.5.1 仪器、设备

酸度计:精度 0.02 pH 单位。配有饱和甘汞参比电极和玻璃测量电极或复合电极。

4.5.2 分析步骤

称取 1.00 g ± 0.01 g 试样,置于 250 mL 烧杯中,用 100 mL 不含二氧化碳的水溶解。在室温下测定溶液的 pH 值。

4.5.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 pH 单位。

4.6 溶解性试验

4.6.1 分析步骤

在 250 mL 烧杯中加 100 mL 10 °C ~ 38 °C 的水,置于电磁搅拌器上,放入搅拌子。在搅拌下缓慢加

入 $5.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ 试样,试样应在 20 min 内溶解且没有结晶物。

4.7 平均聚合度的测定

4.7.1 方法提要

以电位滴定法测定试样的端基磷含量。二倍总磷含量与端基磷含量之比即为平均聚合度。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 盐酸溶液: $c(\text{HCl})$ 约 1 mol/L ;

4.7.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.15 mol/L 。

4.7.3 仪器、设备

电位滴定仪或酸度计(配有记录仪)。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 试液的制备

称取约 2.5 g 试样,精确至 0.2 mg ,置于 100 mL 烧杯中,加少量水溶解。全部转移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7.4.2 端基磷含量的测定

移取 50.00 mL 试液,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水。将烧杯置于电磁搅拌器上,放入电磁搅拌子,开动搅拌器。把电极插入溶液中并与酸度计相连接,调整零点定位。滴加盐酸溶液至溶液 pH 值约为 3,然后用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,同时绘制滴定曲线,在通过第一个 pH 突跃点时,放慢滴定速度,并开始记录滴定曲线上各个点,当滴定进行到通过两个完整的突跃点时停止滴定。

4.7.5 结果计算

平均聚合度 n 按式(6)计算:

$$n = \frac{2 \frac{w_1}{100}}{\left(\frac{V}{1000} c \frac{M}{2}\right) / \left(m \times \frac{50}{250}\right)} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

w_1 ——4.1 测出的总磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量,以 % 表示;

V ——两个突跃点之间所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——五氧化二磷的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=141.94$)。

4.7.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5。

4.8 筛余物的测定

4.8.1 方法提要

将一定量的试样置于试验筛中,在振筛机上筛分一定时间,计算筛余物。

4.8.2 仪器、设备

4.8.2.1 试验筛:符合 GB/T 6003 的规定,规格为 $\phi 200 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$,配有 $420 \mu\text{m}$ 筛网的筛盘以及筛盖、底盘。

4.8.2.2 振筛机:偏心频率每分钟约 350 次。

4.8.3 分析步骤

将已经称量的底盘、 $420 \mu\text{m}$ 筛网的筛盘安装好。

称取约 100 g 试样,精确至 1 g ,置于上层试验筛中,盖好筛盖,固定在振筛机上。启动振筛机筛分 20 min。

振筛结束,迅速称量载有筛留物的试验筛和载有筛出物的底盘(精确至 1 g)。

4.8.4 结果计算

420 μm 筛网筛余物以质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_2 ——420 μm 筛网的筛盘及物料的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——420 μm 筛网的筛盘的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.8.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 %。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目,生产厂的质量监督检验部门应按本标准的规定逐批检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收,验收时间从货到之日起 15 d 内进行。

5.3 水处理剂 聚偏磷酸钠产品每批不超过 50 t。

5.4 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

固体产品采样时,应将采样器垂直插入到袋深的 3/4 处采样,每袋所采样品不少于 100 g。将所采样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。瓶上贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存三个月备查。

5.5 按 GB/T 8170 中修约值比较法进行判定。

5.6 检验结果中如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果有一项不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂 聚偏磷酸钠的包装袋上应涂有牢固标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、厂址及本标准编号。

6.2 每批出厂的水处理剂 聚偏磷酸钠都应附有质量合格证、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 水处理剂 聚偏磷酸钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为不小于 0.08 mm,外包装采用聚丙烯塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的有关规定。每袋净质量 25 kg 或 50 kg。

6.4 运输时要严防雨淋和日晒,贮存在通风干燥的库房里。

6.5 水处理剂 聚偏磷酸钠的贮存期为一年。