

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2520—XXXX

HG/T 2520—2006

工业亚磷酸

Phosphorous acid for industrial use

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 HG/T 2520—2006《工业亚磷酸》，与 HG/T 2520—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 调整了一等品和合格品的亚磷酸含量指标（见5.2，2006年版的3.2）；
- 调整了优等品和一等品的铁含量指标（见5.2，2006年版的3.2）；
- 增加了电位滴定法测定氯含量（见6.4.1）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：。

本文件于1993年首次发布，2006年第一次修订，本次为第二次修订。

工业亚磷酸

警告：按GB 12268—2012第8章的规定，本产品属于第8类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件

1 范围

本文件规定了工业亚磷酸的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于工业亚磷酸。

注：该产品主要用作亚磷酸盐、合成纤维和有机磷农药等的生产原料，还用于生产高效水处理剂氨基三亚甲基膦酸。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

GB/T 3050—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

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方法和判定

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式：H₃PO₃
相对分子质量：81.99（按2018年国际相对原子质量）

5 要求

- 5.1 外观：固体产品为白色结晶，液体产品为无色溶液。
- 5.2 工业亚磷酸按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
亚磷酸（H ₃ PO ₃ ） w/% \geq	99.0	98.5	98.0
氯化物（以 Cl 计） w/% \leq	0.001	0.01	0.02
铁（Fe） w/% \leq	0.001	0.002	0.005
磷酸盐（以 PO ₄ 计） w/% \leq	0.1	0.2	0.6
硫酸盐（以 SO ₄ 计） w/% \leq	0.0005	0.008	0.01

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下，将固体产品于白色衬底的表面皿或白瓷板上、液体产品置于干燥、清洁的比色管中，用目视法判定外观。

6.3 亚磷酸含量的测定

6.3.1 原理

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。

6.3.2 试剂或材料

- 6.3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液：c（NaOH）≈1.0 mol/L。
- 6.3.2.2 百里香酚酞指示液。

6.3.3 试验步骤

称取约 1 g 试样，精确至 0.0002 g，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。同时作空白试验。

6.3.4 试验数据处理

亚磷酸含量以亚磷酸（ H_3PO_3 ）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验溶液消耗的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浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——亚磷酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [$M(1/2\text{H}_3\text{PO}_3) = 41.00$]；

m ——试料的质量的数值，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 0.2 %。

6.4 氯化物含量的测定

6.4.1 电位滴定法（仲裁法）

同 GB/T 3050—2000 第 3 章至第 7 章。

6.4.2 目视比浊法

6.4.2.1 原理

在硝酸性介质中，试样中氯化物与加入的硝酸银生成氯化银白色沉淀，通过与标准比浊溶液比较，确定样品中的氯化物含量。

6.4.2.2 试剂或材料

6.4.2.2.1 硝酸溶液：1+3。

6.4.2.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

6.4.2.2.3 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.010 mg。用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T3696.2 配制的氯化物标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现配现用。

6.4.2.3 试验步骤

称取 $3.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，一等品、合格品称取 $0.50 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 50 mL 比色管中。用水稀释至约 20 mL，加 2 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，与氯化物标准比浊液比较。试验溶液的浊度不应大于标准比浊溶液。

氯化物标准比浊溶液的制备：用移液管移取 3.00 mL（优等品）、5.00 mL（一等品）、10.00 mL（合格品）氯化物标准溶液，置于 50 mL 比色管中，与样品同时同样处理。

6.5 铁含量的测定

6.5.1 原理

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.5.2 试剂或材料

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.5.3 仪器设备

分光光度计：带有厚度为 3 cm 的吸收池。

6.5.4 试验步骤

6.5.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 进行操作，选用 3cm 吸收池及其对应的铁标准溶液用量，绘制工作曲线。

6.5.4.2 测定

称取试样：优等品称取约 8 g、一等品和合格品称取约 2 g，精确至 0.01 g，置于 100 mL 烧杯中，加入 40 mL 水溶解；于另一烧杯中加入 40 mL 水作为空白试验溶液。将试验溶液和空白试验溶液，分别转移到 100 mL 容量瓶中，然后按 GB/T 3049—2006 中的 6.4.1，从“用氨水溶液……”开始进行操作。

6.5.5 试验数据处理

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_2 计，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——根据测得的试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的质量数值，单位为毫克 (mg)；

m_0 ——根据测得的空白试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的质量数值，单位为毫克 (mg)；

m ——试料质量的数值，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优等品不大于 0.0002 %；一等品和合格品不大于 0.0005 %。

6.6 磷酸盐（以 PO_4 计）含量的测定

6.6.1 原理

试验溶液中的磷酸根离子，与加入的镁混合液反应，生成难溶物呈悬浮体，使溶液浑浊，试验溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 氨水溶液：2+3。

6.6.2.2 盐酸溶液：1+4。

6.6.2.3 镁混合溶液：称取 5.5 g 氯化镁和 7 g 氯化铵置于 200 mL 烧杯中，加 65 mL 水溶解，再加 35 mL 氨水溶液，放置 24 h，必要时过滤。

6.6.2.4 磷酸盐标准溶液：1 mL 溶液含磷酸盐 0.1 mg。移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的磷酸盐（ PO_4 ）标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.3 试验步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。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。

标准是优等品移取 1.00 mL、一等品移取 2.00 mL、合格品移取 6.00 mL 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，与试料同时同样处理。

6.7 硫酸盐（以 SO_4 计）含量的测定

6.7.1 原理

在盐酸介质中，试验溶液中硫酸根与氯化钡生成难溶的硫酸钡呈悬浮体，使溶液浑浊，试验溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 盐酸溶液：1+9；

6.7.2.2 二水氯化钡溶液：250 g/L；

6.7.2.3 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（ SO_4 ）0.01 mg。移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 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。

6.7.3 试验步骤

优等品称取 $3.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样、一等品和合格品称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 25 mL 比色管中，加约 10 mL 水溶解，加入 0.5 mL 盐酸溶液和 1 mL 氯化钡溶液，稀释至刻度，摇匀，放置 15 min。所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是优等品移取 1.50 mL、一等品移取 8.00 mL、合格品移取 10.00 mL 硫酸盐标准溶液，与试料同时同样处理。

7 检验规则

- 7.1 本文件规定的所有指标项目均为出厂检验项目，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相同等级的工业亚磷酸为一批。每批产品不超过 25 t。
- 7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于 500 g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或塑料袋中，密封。将所采的样品混匀后分装于两个清洁、干燥、具有磨口塞的玻璃瓶中或塑料瓶中，密封。瓶或袋上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品，另一份保存备查，保留时间由生产厂根据实际需要确定。
- 7.4 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文件。
- 7.5 检验结果如有指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品为不合格。

8 标志、标签

- 8.1 工业亚磷酸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、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号和 GB 190 中规定的“腐蚀性物质”标签及 GB/T 191-2008 表 1 中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。
- 8.2 每批出厂的工业亚磷酸都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

9 包装、运输、贮存

- 9.1 工业亚磷酸产品的桶包装为三层包装：内衬两层聚乙烯塑料袋，外套包装采用密封全开口铁桶或纤维板桶。两层内袋用维尼龙绳或其它质量相当的绳扎紧，或用与其相当的其它方式封口；纸板桶或铁桶用桶盖盖好，用卡紧圈卡紧。每桶工业亚磷酸的净含量 25kg 或 50 kg。也可根据用户要求的规格进行包装。
- 9.2 工业亚磷酸在运输过程中应有遮盖物，保持包装的密封性，防止暴晒、雨淋、受潮，并严禁与碱性、易燃物、氧化剂类货物共运。
- 9.3 工业亚磷酸应贮存在阴凉、通风、干燥的库房。防止暴晒、雨淋、受潮，并不得与碱性、易燃物、氧化剂类货物混贮。