

前 言

本标准优等品等效采用俄罗斯 ГОСТ 16992:1978(1994)工业磷酸二氢锌技术条件,优等品达到国际先进水平。一等品根据企业标准制定,达到国内先进水平。本标准与 ГОСТ 16992:1978(1994)的主要差异:

- 1 ГОСТ 16992:1978(1994)不分级,本标准按用户要求分成两级:优等品、一等品。
- 2 ГОСТ 16992:1978(1994)设3项指标:锌(Zn)含量、磷酸及磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量、游离酸(以 P_2O_5 计)含量,本标准根据用户要求除保留上述3项指标外,又增设3项指标:硫酸盐(以 SO_4 计)含量、铅(Pb)含量、砷(As)含量。
- 3 试验方法中的锌含量测定,等效采用 ГОСТ 16992:1978(1994)中的 EDTA 络合滴定法,五氧化二磷测定,俄罗斯标准采用光电比色计测定,本行标采用喹钼柠酮重量法测定。其他项目的测定方法均采用我国有关标准。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究院、湖南化学试剂总厂、重庆化学试剂总厂、重庆华南化工厂。

本标准主要起草人:刘淑英、尹兆武、林文新、蒋兴昌、余朝惠。

本标准委托化学工业部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

工业磷酸二氢锌

HG/T 2833—1997

Zinc dihydrogen phosphate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业磷酸二氢锌的要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于氧化锌或金属锌与磷酸反应制得的工业磷酸二氢锌。该产品主要用作金属表面的防锈磷化处理剂、陶瓷工业中用作着色剂、玻璃工业中用作澄清剂等。

分子式: $\text{Zn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 295.38(按 1993 年国际相对原子质量)

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—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB 6003—1985 试验筛

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8946—1988 塑料编织袋

GB/T 8947—1988 复合塑料编织袋

3 要求

3.1 外观:白色晶体。

3.2 工业磷酸二氢锌应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目		指 标	
		优等品	一等品
磷酸及磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量	$\geq$	47.5	46.0
锌(Zn)含量	$\geq$	20.2	19.5
游离酸(以 H_3PO_4 计)含量	$\leq$	3.0	5.0

表 1(完)

%

项 目		指 标	
		优等品	一等品
硫酸盐(以 SO_4 计)含量	$\leq$	0.01	0.05
铅(Pb)含量	$\leq$	0.01	0.02
砷(As)含量	$\leq$	0.01	0.01

4 采样

4.1 每批产品不超过 5 t。

4.2 按 GB/T 6678—1986 的 6.6 的规定确定采样单元数。每一塑料编织袋为一包装单元。采样时,将采样器斜插至料层深度的 3/4 处采样,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、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。

4.3 试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核验,核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。

5 试验方法

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

5.2 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 规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂及制品,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。

5.3 磷酸及磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量的测定

5.3.1 方法提要

在酸性介质中,试验溶液中的磷酸根全部与加入的喹钼柠酮形成沉淀,经过滤、干燥、称量,计算出磷酸及磷酸盐含量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 盐酸溶液:1+1;

5.3.2.2 硝酸溶液:1+1;

5.3.2.3 喹钼柠酮溶液的制备:

a. 称取 70 g 钼酸钠溶解于 100 mL 水中;

b. 称取 60 g 柠檬酸溶解于 150 mL 水和 85 mL 硝酸中;

c. 在搅拌下将溶液 a 倒入溶液 b 中;

d. 在 100 mL 水中加入 35 mL 硝酸和 5 mL 喹啉;

e. 将溶液 d 倒入溶液 c 中,放置 12 h 后,用玻璃砂坩埚过滤,再加入 280 mL 丙酮,用水稀释至 1 000 mL,混匀。并贮存于聚乙烯瓶中。

5.3.3 仪器、设备

5.3.3.1 玻璃砂坩埚:孔径为 $5\ \mu\text{m}$ ~ $15\ \mu\text{m}$;

5.3.3.2 电烘箱:温度能控制在 $180^\circ\text{C}\pm 5^\circ\text{C}$ 。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水及 10 mL 盐酸溶液,至溶

解,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(必要时干过滤)此为溶液 A。用作锌含量、铅(Pb)含量、砷(As)含量的测定。

5.3.4.2 试验空白溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时进行同样处理。

5.3.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A 和试验空白溶液分别置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,加水至总体积约 100 mL,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的物质达到 $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$,保温 30 s(在加入试剂和加热过程中,不得使用明火,不得搅拌,以免凝结成块)。冷却,在冷却过程中搅拌 3~4 次,用预先在 $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒重玻璃砂坩埚抽滤。先将上层清液过滤,倾泄法用洗瓶冲洗沉淀 6 次,每次用水约 30 mL,最后将沉淀移入玻璃砂坩埚中过滤,再用水洗涤沉淀 4 次,将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电烘箱中从温度稳定时计时,在 $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥 45 min,取出稍冷后,置于干燥器中冷却至室温,称量。

5.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸及磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m \times \frac{10}{500}} \times 100$$

$$= \frac{160.4 \times (m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

m_2 ——试验空白溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

m ——试料的质量, g;

0.032 07——磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

5.3.6 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 0.2%。

5.4 锌(Zn)含量的测定

5.4.1 方法提要

在 $\text{pH}=10$ 的条件下,试验溶液中的 Zn 与 EDTA 络合,以消耗 EDTA 的量来计算出锌含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 氨-氯化铵缓冲溶液甲: $\text{pH}=10$;

5.4.2.2 铬黑 T 指示液: 5 g/L;

5.4.2.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.05 mol/L。

5.4.3 分析步骤

用移液管移取 25 mL 溶液 A(5.3.4.1),置于 250 mL 锥形瓶中,加 15 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲及 4 滴铬黑 T 指示液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至紫红色变为亮蓝色为终点。

5.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的锌(Zn)含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{V_c \times 0.065\ 39}{m \times \frac{25}{500}} \times 100$$

$$= \frac{130.78 \times V_c}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中: V ——滴定试验溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.065 37——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的锌的质量。

5.4.5 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 0.2%。

5.5 游离酸(以 H_3PO_4 计)含量的测定

5.5.1 方法提要

以溴酚蓝为指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,以确定游离酸含量。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 溴酚蓝指示液:1 g/L;

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

5.5.3 分析步骤

称取 0.25 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水至溶解,加 4 滴溴酚蓝指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至蓝色为终点。

5.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离酸(以 H_3PO_4 计)含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{V_c \times 0.098\ 00}{m} \times 100$$

$$= \frac{9.8 \times V_c}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: V ——滴定试验溶液所消耗的 NaOH 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——NaOH 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.098 00——与 1.00 mL NaOH 标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的磷酸的质量。

5.5.5 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 0.2%。

5.6 硫酸盐含量的测定

5.6.1 方法提要

在盐酸介质中,硫酸根与钡离子生成白色细微的硫酸钡沉淀,与标准溶液比浊,以确定试样中硫酸盐含量。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 盐酸溶液:1+1;

5.6.2.2 氯化钡溶液:250 g/L;

5.6.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 含有 0.1 mg SO_4 。

5.6.3 分析步骤

称取 1.0 g 试样(精确至 0.01 g),置于 50 mL 比色管中,加 20 mL 水及 1 mL 盐酸溶液(必要时过滤)。加 2 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min,其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:优等品 1 mL、一等品 5 mL 的硫酸盐标准溶液分别置于 50 mL 比色管中各加入 20 mL 水与试样溶液同时同样处理。

5.7 铅(Pb)含量的测定

5.7.1 方法提要

在稀硝酸介质中,于原子吸收分光光度计波长 283.3 nm 处,使用空气乙炔火焰,采用标准加入法

测定。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 硝酸溶液:1+1;

5.7.2.2 铅标准溶液:1 mL 含有 0.1 mg Pb。

5.7.3 仪器、设备

5.7.3.1 原子吸收分光光度计;

5.7.3.2 铅空心阴极灯。

5.7.4 仪器工作条件

5.7.4.1 波长:283.3 nm;

5.7.4.2 火焰:空气-乙炔。

5.7.5 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g),加入 50 mL 水和 5 mL 硝酸溶液,使试样溶解。移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管分别移取 25 mL 试验溶液于 4 个 100 mL 容量瓶中,再用移液管分别加入 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL 铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按 5.7.4 的规定,将仪器调整至最佳条件,用水调零,测量吸光度。

以铅的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将取线反向延长与横轴相交处,即为试验溶液中的铅含量。

5.7.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铅(Pb)含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1}{m \times 1000} \times 100$$

$$= \frac{0.1m_1}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中的铅质量,mg;

m ——试料的质量,g。

5.7.7 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 0.003%。

5.8 砷(As)的测定

5.8.1 方法提要

按 GB 610.1—1988 第 3 章。

5.8.2 试剂和材料

按 GB 610.1—1988 第 4 章以及砷标准溶液:1 mL 含有 0.01 mg As。

配制:用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 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。

5.8.3 仪器、设备

按 GB 610.1—1988 第 5 章。

5.8.4 分析步骤

用移液管移取 10 mL 溶液 A(5.3.4.1),置于定砷器的广口瓶中,用水稀释至 70 mL,加 6 mL 盐酸,摇匀。加 1 g 碘化钾及 0.2 mL 氯化亚锡溶液(400 g/L)摇匀,放置 10 min,加 2.5 g 无砷锌,立即按图装好装置,于暗处在 25℃~30℃放置 1 h~1.5 h,溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准。

标准是用移液管移取 1.0 mL 砷标准溶液与试液同时同样处理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 工业磷酸二氢锌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、等级、净重、批号或生产日期和本标准编号,以及 GB 191—1990 中规定的“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的工业磷酸二氢锌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、净重、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。

6.3 工业磷酸二氢锌采用内衬两层塑料袋的聚丙烯编织袋包装,采用编织袋包装:内包装用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为不小于 0.08 mm。外包装采用聚丙烯编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946—1988 B 型的有关规定。该产品每袋净重 25 kg、40 kg。

编织袋包装:包装时将工业磷酸二氢锌装入内衬聚乙烯塑料薄膜袋的聚丙烯编织袋内,将袋内余气排出,两层内袋用线绳捆扎四次袋口,扎紧,外袋在距袋上端不小于 17 mm 处,用缝包机缝合,针距 6 mm~7 mm,缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

6.4 工业磷酸二氢锌在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、包装破损。

6.5 工业磷酸二氢锌应贮存在阴凉、干燥通风的库房内,防止日晒、受潮,防止包装破损。
