

## 前 言

本标准依据国内主要企业标准制定。并根据实际生产情况和用户要求,划分为两个等级。

本标准与现有企业标准区别如下:

1 pH 指标严于企业标准。

2 部分企业标准中规定了溶解度指标,经分析,本指标可通过 pH 指标来反映,因而,本行业标准未规定溶解度指标。

试验方法均采用经多年使用验证的经典方法。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准的附录 B 是提示的附录。

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、四川川西磷化工集团公司川西化工厂、山东枣庄电石厂。

本标准主要起草人:姚锦娟、冯昌鑫、李弟发、张奉运、周庆忠。

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2770—1996

## 工业聚磷酸铵

### 1 范围

本标准规定了工业聚磷酸铵的要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以尿素和磷酸、尿素和磷酸二氢铵等为原料生产的工业聚磷酸铵。该产品主要用于涂料、造纸、塑料、木材及有机建材等制品的阻燃添加剂。

通式： $(\text{NH}_4)_{n+2}\text{P}_n\text{O}_{3n+1}$

### 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为本标准的条文。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 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 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

### 3 要求

3.1 外观：白色粉末。

3.2 工业聚磷酸铵应符合表1要求：

表1 要求

| 项 目                                        | 指 标     |      |
|--------------------------------------------|---------|------|
|                                            | 一等品     | 合格品  |
| 五氧化二磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )含量/% $\geq$ | 68.0    | 67.0 |
| 氮(N)含量/% $\geq$                            | 13.0    | 12.0 |
| 平均聚合度 $\geq$                               | 20      | 20   |
| pH(10 g/L 溶液)                              | 4.5~6.5 |      |
| 细度(通过 150 $\mu\text{m}$ 筛网)/% $\geq$       | 90      | 90   |

### 4 采样

4.1 每批产品不超过 5 t。

4.2 按 GB/T 6678 6.6 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的 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的要求时,则整批产品为不合格。

## 5 试验方法

5.1 采用 GB/T 1250 中 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 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。

### 5.3 五氧化二磷含量的测定

#### 5.3.1 方法提要

在酸性介质中,磷酸根与钼酸钠和喹啉反应生成磷钼酸喹啉沉淀。通过过滤烘干,称量,计算出五氧化二磷的含量。

#### 5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 硝酸溶液:1+1;

5.3.2.2 喹钼柠酮溶液;

制备方法:

a) 称取 70 g 钼酸钠,溶解于 150 mL 水中;

b) 称取 60 g 柠檬酸,溶解于 85 mL 硝酸溶液和 150 mL 水中;

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 硝酸溶液和 5 mL 喹啉;

e) 将溶液 d 倒入溶液 c 中。放置 24 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,贮存于聚乙烯瓶中,存放于暗处。

#### 5.3.3 仪器、设备

5.3.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 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

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 150 mL 烧杯中,加水润湿,加入 10 mL 硝酸溶液,于电炉上加热至沸并保持 10 min。取下烧杯,待冷却后转移至 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸溶液、80 mL 水,盖上表面皿,加热至沸。加入 50 mL 喹钼柠酮溶液,继续加热至沸 1 min。取下烧杯,搅拌以促进沉淀沉降。静置冷却后,用预先于  $180 \pm 5^{\circ}\text{C}$  下干燥至恒重的玻璃砂坩埚,以倾泻法过滤,在烧杯中洗涤沉淀 5~6 次,每次用水 20 mL。最后将沉淀全部转移至玻璃砂坩埚中,再用水洗涤 5~6 次。将玻璃砂坩埚连同沉淀于  $180 \pm 5^{\circ}\text{C}$  下干燥 45 min,取出置于干燥器中冷却,称量。同时作空白试验。

#### 5.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的五氧化二磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )含量  $X_1$  按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m \times \frac{10}{250}} \times 100$$

$$= \frac{80.18 \times (m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $m_1$ ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;  
 $m_2$ ——空白试验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——磷钼酸喹啉换算为五氧化二磷的系数。

### 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 氮含量的测定

### 5.4.1 方法提要

聚磷酸铵在硫酸溶液中解聚,生成硫酸铵,再用甲醛法测定铵离子含量。

### 5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 硫酸溶液:1+1;

5.4.2.2 硫酸溶液:1+19;

5.4.2.3 甲醛中性溶液:1+3;

于 1+3 溶液中加入 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至粉红色。

5.4.2.4 氢氧化钠溶液:300 g/L;

5.4.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$  约为 0.5 mol/L;

5.4.2.6 酚酞指示液:10 g/L。

### 5.4.3 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加少量水润湿,加入 10 mL 硫酸溶液(5.4.2.1),加热至产生三氧化硫浓烟。停止加热,取下冷却至室温。加入 30 mL 水、2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠溶液中和过量的硫酸至溶液出现红色,滴加硫酸溶液(5.4.2.2)至试验溶液呈无色,再滴加氢氧化钠标准滴定溶液至试验溶液出现粉红色。加入 15 mL 中性甲醛溶液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色即为终点。

### 5.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氮(N)含量  $X_2$  按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c V \times 0.014 01}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;  
 $V$ ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;  
 $m$ ——试料质量, g;

0.014 01——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的氮的质量

### 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 平均聚合度的测定

### 5.5.1 方法提要

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

### 5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 H 型-732 离子交换树脂;

5.5.2.2 盐酸溶液:1+1;

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

### 5.5.3 仪器、设备

5.5.3.1 离子交换柱:玻璃管内径 10 mm,长 400 mm,配有玻璃旋塞。

5.5.3.2 pH计:测量范围 pH 为 0~14,分度值为 0.02 pH。

5.5.3.3 甘汞电极。

5.5.3.4 玻璃电极。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 离子交换柱的制备

将离子交换柱固定在架子上,关上活塞,在柱子底部填 1 cm 厚的玻璃棉,倒入约 10 mL 水浸湿。将树脂倒入柱内,使树脂床高为 300 mm。用盐酸溶液浸设备用。用前树脂按附录 A 中使用前的处理过程处理后,即可进样。

5.5.4.2 试样的测定

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g)。置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 水,充分搅拌后,进样。用水作洗脱溶液,控制柱流速为(5.5~6.0) mL/min,洗涤至流出液为中性(pH 试纸检验)。

收集洗涤液于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。取 100.0 mL 试验溶液于 250 mL 烧杯中,将烧杯置于电磁搅拌器上,放入电磁搅拌子,开动搅拌器。把玻璃电极(测量电极)和饱和甘汞电极(参比电极)插入溶液并与 pH 计相连接。调整零点定位。用氢氧化钠标准滴定溶液调整 pH 约为 3。然后用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。记录每次加入氢氧化钠标准滴定溶液后的总体积和对应的 pH 值。当 pH 在 4~6 和 7~9 这两个范围时,每次只加 0.10 mL。计算出  $\Delta\text{pH}$  和  $\Delta^2\text{pH}$ 。 $\Delta\text{pH}$  出现最大值后再记录一个 pH 值。记录格式详见附录 B。

5.5.5 分析结果的表述

滴定端基磷所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积  $V$  按式(3)计算:

$$V = \left( V_2 + 0.1 \times \frac{b_2}{B_2} \right) - \left( V_1 + 0.1 \times \frac{b_1}{B_1} \right) \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $V_1$ ——pH 在 4~6 之间时,  $\Delta\text{pH}$  达最大值前所加入氢氧化钠标准滴定溶液的总体积, mL;

$V_2$ ——pH 在 7~9 之间时,  $\Delta\text{pH}$  达最大值前所加入氢氧化钠标准滴定溶液的总体积, mL;

$b_1$ ——pH 在 4~6 之间时,  $\Delta^2\text{pH}$  最后一次正值;

$b_2$ ——pH 在 7~9 之间时,  $\Delta^2\text{pH}$  最后一次正值;

$B_1$ ——pH 在 4~6 之间时,  $\Delta^2\text{pH}$  最后一次正值与第一次负值绝对值之和;

$B_2$ ——pH 在 7~9 之间时,  $\Delta^2\text{pH}$  最后一次正值与第一次负值绝对值之和。

平均聚合度  $X_3$  按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{2X_1}{\frac{c \cdot V \times 0.070\ 97}{m \times \frac{100}{250}}} \times 100$$

$$= \frac{0.112\ 8 \times X_1 \cdot m}{c \cdot V} \dots\dots\dots (4)$$

式中:  $X_1$ ——5.3 中测得的五氧化二磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )质量百分含量, %;

$V$ ——滴定端基磷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;

0.070 97——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 1.000\ \text{mol/L}$ ] 相当的以克表示的五氧化二磷的质量。

5.5.6 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 1。

5.6 pH 值的测定

5.6.1 试剂和材料

无二氧化碳的水。

## 5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 pH计:测量范围 pH 为 0~14,分度值为 0.02 pH。

5.6.2.2 甘汞电极。

5.6.2.3 玻璃电极。

## 5.6.3 分析步骤

称取 1.00 g 试样(精确至 0.01 g),置于 150 mL 烧杯中,用无二氧化碳的水稀释至 100 mL,置于电磁搅拌器上,搅拌 5 min。静置 10 min,用 pH 计测量悬浮液的 pH 值。

## 5.6.4 允许差

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

## 5.7 细度的测定

### 5.7.1 仪器、设备

5.7.1.1 试验筛:符合 GB/T 6003 R 40/3 系列,Φ200 mm×50 mm/0.15 mm,带有筛盖和筛底;

5.7.1.2 11 号羊毛画笔。

### 5.7.2 分析步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.01 g)。置于试验筛中,用羊毛画笔轻刷试料,直至筛下所垫黑纸没有试料痕迹。将筛余物移至已知质量的表面皿中称量(精确至 0.000 2 g)。

### 5.7.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的细度  $X_i$  按式(5)计算:

$$X_i = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:  $m_1$ ——筛余物的质量, g;

$m$ ——试料的质量, g。

### 5.7.4 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 1.0%。

## 6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业聚磷酸铵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、商标、等级、净重、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191 中规定的“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的工业聚磷酸铵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 工业聚磷酸铵采用双层包装:内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为 0.03 mm~0.05 mm;外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 中 B 型的规定。该产品每袋净重 40 kg。

6.4 工业聚磷酸铵包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,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。针距 7 mm~12 mm,缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。

6.5 工业聚磷酸铵在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋,受潮。

6.6 工业聚磷酸铵应贮存于阴凉干燥处,防止雨淋,受潮。

6.7 工业聚磷酸铵易受潮,从出厂之日起,贮存期为一年。有松散块存在不影响使用。

附 录 A  
(标准的附录)  
树脂的再生

每次样品洗脱分离完毕,用 200 mL 1+1 盐酸溶液流过树脂床且浸泡过夜使树脂再生。使用前使 50 mL 盐酸溶液流过柱子,关闭交换柱活塞,将柱充满水,塞上橡皮塞,倒转几次使树脂松动,排出空气泡。将柱竖直固定在架上,用水先慢速洗涤树脂,然后以 (5.5~6.0) mL/min 流速洗至流出液为中性 (pH 试纸检验)。维持液面高于树脂层 1 cm,关闭交换柱,备用。

附 录 B  
(提示的附录)  
平均聚合度测定试验记录格式举例

| 氢氧化钠标准<br>滴定溶液体积/mL | pH   | $\Delta\text{pH}$ | $\Delta^2\text{pH}$ |
|---------------------|------|-------------------|---------------------|
| 0                   | 3.01 |                   |                     |
| 3.30                | 4.23 |                   |                     |
| 3.40                | 4.50 | 0.27              |                     |
| 3.50                | 4.89 | 0.39              | +0.12               |
| 3.60                | 5.33 | 0.44              | +0.05               |
| 3.70                | 5.61 | 0.28              | -0.16               |
| 3.80                | 5.83 | 0.22              |                     |
| 5.20                | 7.58 |                   |                     |
| 5.30                | 7.74 | 0.16              |                     |
| 5.40                | 7.93 | 0.19              | +0.03               |
| 5.50                | 8.15 | 0.22              | +0.03               |
| 5.60                | 8.33 | 0.18              | -0.04               |
| 5.70                | 8.48 | 0.16              |                     |

$$V = \left( 5.40 + 0.1 \times \frac{0.03}{0.03 + 0.04} \right) - \left( 3.50 + 0.1 \times \frac{0.05}{0.05 + 0.16} \right) = 1.92(\text{mL})$$