

修订HG/T 4691-2014《工业多聚磷酸》化工行业标准

编制说明

（征求意见稿）

1 工作简况

1.1 任务来源

根据工业和信息化部办公厅《关于印发2024年第一批行业标准制修订计划的通知》工信厅科〔2024〕18号的要求，于2029年9月完成HG/T 4691-2014《工业多聚磷酸》化工行业标准的修订工作。计划编号为：2024-0176T-HG。本标准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。由云南天耀化工有限公司、贵州川恒化工股份有限公司、重庆川东化工（集团）有限公司、广西钦州志诚化工有限公司、昆明理工大学、扬州瑞阳化工有限责任公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、贵州省产品质量监督检验院等单位共同承担起草工作。

1.2 主要工作过程

1.2.1 调研阶段

全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会接到修标任务后，首先向生产厂家和用户发函进行调查，征集对修订标准的建议和起草单位，在此基础上组建项目起草小组。起草小组查阅了国内外标准及有关技术资料，在此基础上提出了文献小结。

1.2.2 工作方案会阶段

全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会于2024年8月在四川成都组织召开国修订标准工作方案会。会上初步确定了修订《工业多聚磷酸》化工行业标准的指标项目和试验方法等内容，同时确定了下一步工作方案。各相关单位根据工作方案的安排开展了试验验证、产品质量数据统计、汇总等工作。

2 标准编制原则、解决的主要问题

2.1 编制原则

- 2.1.1 积极采用国际标准和国外先进标准；
- 2.1.2 有利于促进技术进步，提高产品质量；
- 2.1.3 有利于合理利用资源，提高经济效益；
- 2.1.4 符合用户要求，保护消费者利益，促进对外贸易。

2.2 解决的主要问题

随着国内经济的迅速发展，工业多聚磷酸产品（PPA）的应用领域得到不断扩展，除在传统应用领域外，近年来，多聚磷酸的应用边界正随技术进步不断扩展，如固态电池、生物医药制造等。据2023年统计数据显示，国内外锂电池和阻燃剂占PPA消费量的65%；医药和电子级PPA需求年增12%。

现行标准HG/T 4691-2014《工业多聚磷酸》已不能完全适应该产品的应用需求，另外，由于该

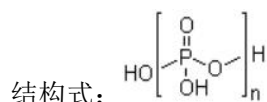
标准的标龄较长，标准中的指标项目的设置及所采用的部分试验方法也进行需要调整。通过对标准的修订，使之更能符合该产品的生产和使用情况，达到统一和规范市场的效果，对提高产品质量、扩大产品出口起到积极的推进作用，对于国内生产企业的生产管理和销售市场有着指导性意义。

2.3 主要内容

2.3.1 产品概况

产品名称：工业多聚磷酸 英文名：Polyphosphoric acid for industrial use

分子通式： $H_{(n+2)}P_nO_{(3n+1)}$



多聚磷酸是一种无机酸，外观一般为无色透明黏稠状液体，具有腐蚀性，属二级无机酸性腐蚀物品。多聚磷酸为质子酸，能溶解多种低分子及高分子有机化合物。

多聚磷酸的酸性强于正磷酸（ $pK_a \approx 1$ ），比硝酸、硫酸弱，且无氧化能力。高温下脱水性显著。有吸湿性和易潮解。遇H发泡剂会引起燃烧。

2.3.2 产品用途

主要用途包括用于有机合成、医药中间体、香料中间体、沥青改性剂及化工、锂电池、皮革等行业等。

2.3.3 生产工艺

多聚磷酸（PPA）的生产工艺主要分为两种路线：以五氧化二磷（ P_2O_5 ）为原料的直接缩合法和以磷酸（ H_3PO_4 ）或黄磷为原料的热聚合法。

工艺流程对比

工艺路线	磷酸（ H_3PO_4 ）路线	五氧化二磷（ P_2O_5 ）路线
原料预处理	工业磷酸需脱除金属杂质（Fe、As等）和游离水	P_2O_5 粉末需干燥防潮（吸湿性强）
核心反应	高温脱水缩合： $nH_3PO_4 \rightarrow H_{n+2}P_nO_{3n+1} + (n-1)H_2O$	控制加水量缩合： $3P_2O_5 + 5H_2O \rightarrow 2H_5P_3O_{10}$
反应条件	温度：250-350℃，需真空脱水（-0.09 MPa）	温度：80-120℃，常压或微负压
聚合度控制	通过终止剂（水或磷酸）调节链长	通过 P_2O_5 与 H_2O 的摩尔比直接控制（理论加水量0.83）
后处理	过滤、冷却、粘度调节	过滤未反应 P_2O_5 颗粒、真空脱水

2.3.4 国内外相关标准情况

目前查询收集到的国内标准只有HG/T 4691-2014《工业多聚磷酸》。经多渠道检索，收集到国外同类产品标准有印度标准IS 17439:2020《多聚磷酸》。通过对比，这印度标准的技术要求与我国标准在部分指标项目上存在一定差距，对比国外标准，我国标准目前处于领先地位。标准对比见附件2。

2.4 编制依据

2.4.1 国内实际生产及使用情况；

2.4.2 国内生产厂质量月报（见附表2）；

2.4.3 编制过程中的验证数据及检测数据（见附表3）。

3 主要内容与主要试验（或验证）情况分析

3.1 主要技术内容变化情况

3.1.1 指标项目的变化情况

由于目前该产品的应用领域有了新的拓展，如在改性沥青、锂离子电池等领域均得到了较为理想的应用。因此，对标准范围进行调整。

鉴于近年来我国磷资源的变化情况，结合生产原料中砷含量的改变，修订后的标准对产品进行了分类，将由于原料黄磷中砷含量较高而生产的工业多聚磷酸产品纳入标准中，由于此类型产品的应用领域对产品中砷含量没有较高的要求，为使磷资源得到充分利用，同时可以尽量降低或减少产品除砷带来能耗、环境保护等方面的负面影响。

由于近年来生产技术提升，产品生产工艺的改进及应用领域的需求，高含量产品逐步成为主流产品，因此，标准中新增加了118%（ H_3PO_4 ）产品的规格。

该标准首次制定时期，技术尚处于初步稳定阶段，生产工艺及原料对产品品质产生一定影响，且下游用户对产品的要求也不尽相同。因此，对产品的要求进行了等级划分。由于近年来生产工艺已逐步成熟，原料来源基本稳定，其产品质量已趋于稳定，同时下游用户该产品供货已相对固定，产品等级的划分已意义不大，修订后的标准要求中取消了等级划分。

考虑到今后生产技术的变化及原料来源（磷酸）的变化，为保障产品品质能够充分满足使用要求，标准增加了硫酸盐项目及指标要求。

除上述重点内容修改外，本次修订还调整了要求中部分项目的指标，使标准更加贴合生产及应用的实际需求。

3.1.2 试验方法的变化情况

由于多聚磷酸产品理化特性与传统的磷酸不完全相同，因此不能完全照搬磷酸国家标准中所采用的磷钼酸喹啉重量法的操作步骤，需要对一些细节方面进行适当调整。通过采用调整的测定方法进行试验验证，其结果达到预期的效果，可以满足多聚磷酸产品主含量的检测需求。

由于标准中增加了硫酸盐项目，因此试验方法中增加相应的硫酸盐含量测定方法。结合本产品的特性及产品中硫酸盐可能存在的形式，标准中给出硫酸钡目视比浊法测定硫酸盐含量，该测定方法是最为经典的方法之一，已普遍应用于传统的磷系无机化工产品标准中所涉及的硫酸盐含量测定，完全能够满足测定要求。

考虑到产品中砷含量指标的重要性，且简化测定步骤，充分发挥仪器分析的优势，标准中增加了原子荧光法测定产品中砷含量的检测方法。该方法已普遍用于磷及磷酸盐产品中砷含量的测定，其检测结果完全能够准确、可靠。

砷含量测定中除增加原子荧光法外，有企业利用电感耦合等离子发射光谱法（ICP-OES）联合测定产品中的砷含量，从而更加简化了测定手续，因此标准中增加相应的测定步骤。

4 主要试验验证数据的分析、综述报告、技术经济论证、预期的经济效果

4.1 试验验证数据的分析

本次修订标准重点主含量、砷含量的测定方法进行完善，同时增加硫酸盐含量的测定方法。其中主含量的测定方法是在现行标准的基础上，对部分测定步骤及测定条件进行，修改，通过对试验数据分析，修改后的方法更加贴合实际，方法的准确性、可靠性均有所提升。

对于砷含量测定，采用原子荧光法、电感耦合等离子发射光谱法（ICP）与二乙基二硫代氨基甲酸银光度法进行对比试验，以验证该方法的适用性。通过试验验证，增加的分析方法均有较好的适用性，能够达到产品检验结果准确、可靠的要求。

硫酸盐含量的测定采用限量比浊法，通过对产品中硫酸盐含量进行试验验证，其测定结果能够达到预期效果，满足多聚磷酸产品中硫酸盐含量的测定要求。

本次标准修订中的试验验证过程分析（试验报告）及验证结果见附件3。

4.2 技术经济论证

标准修订后与原标准对比，标准的应用范围更为广泛，在工业多聚磷酸的应用领域起到了基础标准的作用。产品分析方法中结合目前的实际情况，根据多聚磷酸的理化特性，参照磷系产品的国家标准、行业标准，对部分项目的试验方法进行修改、完善，使得修订后标准的分析方法在准确的基础上更为便捷和易于操作。

综上，本标准的修订解决了目前部分企业的生产、检验中的一些问题，促进了产品质量提升，为提升该产品品质，保障下游产品质量以及扩大应用领域打下了基础。

4.3 预期达到的经济效果

本次修订的内容主要是为了满足目前生产单位和市场的需求，修订后增强了标准的适用性，可以更加科学地规范工业多聚磷酸行业的生产行为，引导和促进行业健康发展。本标准的实施对保障市场正常秩序，促进社会经济发展，消除贸易技术壁垒，促进国际贸易开展起到积极地推动作用。

5 采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本标准的修订在原化工行业标准的基础之上，充分考虑国内产品的生产、使用的实际情况对指标参数进行调整。修订后的标准，指标参数设置合理，试验分析方法经典、简便、易于操作，完全满足国内外用户的使用要求。

查阅国际标准情况，目前欧美等发达国家没有相关工业用途多聚磷酸的标准，企业目前出口产品均执行本行业标准中的指标要求。本次修订参考企业生产数据调整了部分项目指标数值等，同时完善了部分项目的分析方法，使得本标准的质量有了一定幅度的提升。综合分析，本标准达到国内先进水平。

6 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

7 重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧意见。

8 标准性质的建议

本标准为您推荐性化工行业标准。

9 贯彻标准的要求和措施建议

本标准反映了目前国内实际生产技术水平，可积极向国内生产单位、用户、质检机构等相关单位推荐使用本标准。建议尽快发布实施本标准。

10 废止现行有关标准的建议

无。

11 其他应予说明的事项

无。

附件1：标准修订前后指标项目与方法对比

修订前指标项目

项 目		指 标					
		115%酸			105%酸		
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
色度/黑曾	≤	20	30	40	20	30	40
磷酸（H ₃ PO ₄ ）w/%		≥115.0			104~106		
五氧化二磷（P ₂ O ₅ ）w/%		≥83.3			75.3~76.7		
氯化物（以Cl计）w/%	≤	0.0003	0.0005	0.0005	0.0003	0.0005	0.0005
砷（As）w/%	≤	0.004	0.008	0.010	0.005	0.008	0.010
铁（Fe）w/%	≤	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002
重金属（以Pb计）w/%	≤	0.001	0.001	0.002	0.001	0.001	0.002

修订后指标项目

项 目		指 标					
		I 类			II 类		
		规格1	规格2	规格3	规格1	规格2	规格3
色度/黑曾	≤	20			20		
磷酸（H ₃ PO ₄ ）w/%	≥	118.0	115.0	105.0	118.0	115.0	105.0
五氧化二磷（P ₂ O ₅ ）w/%	≥	84.7	83.3	76.0	84.7	83.3	76.0
氯化物（以Cl计）w/%	≤	0.0003	0.0003	0.0005	0.0003	0.0003	0.0005
硫酸盐（以SO ₄ 计）/%	≤	0.002			0.002		
砷（As）w/%	≤	0.003	0.002	0.001	0.030	0.025	0.020
铁（Fe）w/%	≤	0.001	0.001	0.002	0.001	0.001	0.002
重金属（以Pb计）w/%	≤	0.001	0.001	0.002	0.001	0.001	0.002

试验方法对比

项 目		试验方法	
		修订前	修订后
色度/黑曾	≤	铂-钴比色法	铂-钴比色法
磷酸（H ₃ PO ₄ ）w/%	≥	磷钼酸喹啉重量法、链长法	磷钼酸喹啉重量法、链长法
五氧化二磷（P ₂ O ₅ ）w/%	≥		
氯化物（以Cl计）w/%	≤	硝酸银目视比浊法	硝酸银目视比浊法
硫酸盐（以SO ₄ 计）/%	≤	硫酸钡目视比浊法	-
砷（As）w/%	≤	二乙基二硫代氨基甲酸银光度法、原子荧光法、ICP-OES法	二乙基二硫代氨基甲酸银光度法
铁（Fe）w/%	≤	1,10-菲罗啉分光光度法	1,10-菲罗啉分光光度法
重金属（以Pb计）w/%	≤	硫化铅目视比色法	硫化铅目视比色法

附件2 工业多聚磷酸生产企业产品质量月报/单位名称:云南天耀化工有限公司

规格	115%酸							105%酸						
	产品等级	优等品		外观	无色透明或略带浅黄色、稠状液体			产品等级	优等品		外观	无色透明或略带浅黄色、稠状液体		
日期	色度	磷酸 (H_3PO_4)	五氧化二磷 (P_2O_5)	氯化物 (以Cl计)	铁(Fe)	砷(As)	重金属 (以Pb计)	色度	磷酸 (H_3PO_4)	五氧化二磷 (P_2O_5)	氯化物 (以Cl计)	铁(Fe)	砷(As)	重金属 (以Pb计)
2023.01	20	115.52%	83.69%	0.0001%	0.0003%	0.0035%	0.0015%	20	105.33%	76.31%	0.0001%	0.0002%	0.00005%	0.0003%
2023.02	20	115.51%	83.69%	0.0001%	0.0002%	0.0033%	0.0015%	20	105.66%	76.55%	0.0001%	0.0002%	0.00003%	0.0003%
2023.03	20	115.50%	83.68%	0.0001%	0.0002%	0.0032%	0.0015%	20	105.52%	76.45%	0.0001%	0.0002%	0.00003%	0.0003%
2023.04	20	115.62%	83.77%	0.0001%	0.0004%	0.0033%	0.0015%	20	105.34%	76.32%	0.0001%	0.0002%	0.00003%	0.0003%
2023.05	20	115.44%	83.64%	0.0001%	0.0003%	0.0033%	0.0015%	20	105.45%	76.40%	0.0001%	0.0002%	0.00003%	0.0003%
2023.06	20	115.52%	83.69%	0.0001%	0.0005%	0.0034%	0.0015%	20	105.51%	76.44%	0.0001%	0.0002%	0.00003%	0.0003%
2023.07	20	115.45%	83.64%	0.0001%	0.0003%	0.0035%	0.0010%	20	105.42%	76.38%	0.0001%	0.0002%	0.00003%	0.0003%
2023.08	20	115.53%	83.70%	0.0001%	0.0005%	0.0033%	0.0010%	20	105.49%	76.43%	0.0001%	0.0003%	0.00002%	0.0004%
2023.09	20	115.64%	83.78%	0.0001%	0.0004%	0.0033%	0.0010%	20	105.59%	76.50%	0.0001%	0.0002%	0.00003%	0.0003%
2023.10	20	115.41%	83.61%	0.0001%	0.0002%	0.0033%	0.0010%	20	105.7%	76.61%	0.0001%	0.0004%	0.00003%	0.0005%
2023.11	20	115.39%	83.60%	0.0001%	0.0002%	0.0033%	0.0010%	20	105.32%	76.30%	0.0001%	0.0003%	0.00003%	0.0005%
2023.12	20	115.45%	83.64%	0.0001%	0.0003%	0.0033%	0.0010%	20	105.80%	76.65%	0.0001%	0.0004%	0.00003%	0.0003%

附件2（续） 工业多聚磷酸生产企业产品质量月报/单位名称:云南天耀化工有限公司

规格	115%酸							105%酸						
	产品等级	一等品		外 观	无色透明或略带浅黄色、稠状液体			产品等级	优等品		外 观	无色透明或略带浅黄色、稠状液体		
日期	色度	磷酸 (H ₃ PO ₄)	五氧化二 磷 (P ₂ O ₅)	氯化物 (以Cl 计)	铁 (Fe)	砷 (As)	重金属 (以Pb 计)	色度	磷酸 (H ₃ PO ₄)	五氧化二 磷 (P ₂ O ₅)	氯化物 (以Cl 计)	铁 (Fe)	砷 (As)	重金属 (以Pb 计)
2024.01	20	115.36%	83.58%	0.0001%	0.0003%	0.0061%	0.0010%	20	105.43%	76.38%	0.0001%	0.0003%	0.00007%	0.0005%
2024.02	20	115.34%	83.56%	0.0001%	0.0003%	0.0058%	0.0010%	20	105.33%	76.31%	0.0001%	0.0003%	0.00005%	0.0004%
2024.03	20	115.38%	83.59%	0.0001%	0.0005%	0.0060%	0.0010%	20	105.77%	76.63%	0.0001%	0.0003%	0.00005%	0.0005%
2024.04	20	115.39%	83.60%	0.0001%	0.0004%	0.0047%	0.0011%	20	105.33%	76.31%	0.0001%	0.0004%	0.00001%	0.0004%
2024.05	20	115.41%	83.61%	0.0001%	0.0004%	0.0074%	0.0004%	20	105.73%	76.60%	0.0001%	0.0003%	0.00001%	0.0004%
2024.06	20	115.36%	83.58%	0.0001%	0.0004%	0.0071%	0.0010%	20	105.61%	76.51%	0.0001%	0.0003%	0.00005%	0.0004%
2024.07	20	115.55%	83.71%	0.0001%	0.0004%	0.0076%	0.0010%	20	105.60%	76.51%	0.0001%	0.0003%	0.00003%	0.0004%
2024.08	20	115.32%	83.55%	0.0001%	0.0008%	0.0038%	0.0008%	20	105.47%	76.41%	0.0001%	0.0003%	0.00003%	0.0004%
2024.09	20	115.46%	83.65%	0.0001%	0.0004%	0.0042%	0.0010%	20	105.49%	76.43%	0.0001%	0.0004%	0.00003%	0.0005%
2024.10	20	115.45%	83.64%	0.0001%	0.0002%	0.0050%	0.0010%	20	105.54%	76.46%	0.0001%	0.0004%	0.00003%	0.0004%
2024.11	20	115.52%	83.69%	0.0001%	0.0004%	0.0073%	0.0010%	20	105.28%	76.27%	0.0001%	0.0004%	0.00003%	0.0004%
2024.12	20	115.47%	83.66%	0.0001%	0.0003%	0.0064%	0.0010%	20	105.32%	76.30%	0.0001%	0.0004%	0.00003%	0.0005%

附件2（续） 工业多聚磷酸生产企业产品质量月报/单位名称:广西钦州志诚化工有限公司

规格	115%酸								105%酸							
	产品等级			外观					产品等级			外观				
日期	色度	磷酸 (H_3PO_4)	五氧化二磷 (P_2O_5)	氯化物 (以Cl计)	铁 (Fe)	砷 (As)	重金属 (以Pb计)	硫酸盐 (以 SO_4 计)	色度	磷酸 (H_3PO_4)	五氧化二磷 (P_2O_5)	氯化物 (以Cl计)	铁 (Fe)	砷 (As)	重金属 (以Pb计)	硫酸盐 (以 SO_4 计)
2023.01	20黑曾	116.10%	84.11%	<3ppm	5ppm	60ppm	<3ppm	<2ppm	/	/	/	/	/	/	/	/
2023.02	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
2023.03	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
2023.04	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
2023.05	15黑曾	115.56%	83.72%	<3ppm	2.5ppm	71ppm	<3ppm	<2ppm	/	/	/	/	/	/	/	/
2023.06	15黑曾	115.50%	86.68%	<3ppm	2.66ppm	76.33ppm	<3ppm	<2ppm	/	/	/	/	/	/	/	/
2023.07	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
2023.08	15黑曾	116.16%	84.16%	<3ppm	2ppm	74ppm	<3ppm	<2ppm	/	/	/	/	/	/	/	/
2023.09	/	/	/	/	/	/	/	/	12黑曾	105.40%	76.36%	<3ppm	1ppm	80.33ppm	<3ppm	<2ppm
2023.10	/	/	/	/	/	/	/	/	12黑曾	105.54%	76.46%	<3ppm	1ppm	51.84ppm	<3ppm	<2ppm
2023.11	10黑曾	115.57%	83.73%	<3ppm	1ppm	95ppm	<3ppm	<2ppm	12黑曾	105.31%	76.30%	<3ppm	1ppm	0.1ppm	<3ppm	<2ppm
2023.12	20黑曾	116.38%	84.32%	<3ppm	2.5ppm	57ppm	<3ppm	<2ppm	/	/	/	/	/	/	/	/

附件2（续） 工业多聚磷酸生产企业产品质量月报/单位名称:广西钦州志诚化工有限公司

规格	115%酸								105%酸							
	产品等级			外观					产品等级			外观				
日期	色度	磷酸 (H_3PO_4)	五氧化二磷 (P_2O_5)	氯化物 (以Cl计)	铁 (Fe)	砷 (As)	重金属 (以Pb计)	硫酸盐 (以 SO_4 计)	色度	磷酸 (H_3PO_4)	五氧化二磷 (P_2O_5)	氯化物 (以Cl计)	铁 (Fe)	砷 (As)	重金属 (以Pb计)	硫酸盐 (以 SO_4 计)
2024.01	15黑曾	116.58%	84.46%	<2ppm	1ppm	60.33ppm	<2ppm	<2ppm	/	/	/	/	/	/	/	/
2024.02	10黑曾	115.57%	83.73%	<2ppm	1ppm	75ppm	<2ppm	<2ppm	8黑曾	105.57%	76.48%	<2ppm	1ppm	65.66ppm	<2ppm	<2ppm
2024.03	13黑曾	116.00%	84.04%	<2ppm	1ppm	80ppm	<2ppm	<2ppm	6黑曾	105.43%	76.38%	<2ppm	1ppm	74ppm	<2ppm	<2ppm
2024.04	12黑曾	117.24%	84.94%	<2ppm	1.375ppm	60.5ppm	<2ppm	<2ppm	/	/	/	/	/	/	/	/
2024.05	13黑曾	116.25%	84.22%	<2ppm	2.62ppm	72ppm	<2ppm	<2ppm	5黑曾	105.40%	76.36%	<2ppm	1.833ppm	73ppm	<2ppm	<2ppm
2024.06	10黑曾	116.12%	84.13%	<2ppm	1.9ppm	66.8ppm	<3ppm	<2ppm	7.5黑曾	105.38%	76.35%	<2ppm	1.1ppm	65ppm	<3ppm	<2ppm
2024.07	13黑曾	116.44%	84.36%	<2ppm	1.666ppm	57.67ppm	<3ppm	<2ppm	6黑曾	105.28%	76.28%	<2ppm	1.666ppm	51.12ppm	<3ppm	<2ppm
2024.08	10黑曾	116.71%	84.56%	<2ppm	1ppm	68ppm	<3ppm	<2ppm	18黑曾	105.36%	76.33%	<2ppm	1ppm	0.16ppm	<3ppm	<2ppm
2024.09	13黑曾	116.56%	84.45%	<2ppm	1ppm	61.5ppm	<3ppm	<2ppm	15黑曾	105.32%	76.33%	<2ppm	1ppm	57ppm	<3ppm	<2ppm
2024.10	15黑曾	117.00%	84.77%	<2ppm	1ppm	48ppm	<3ppm	<2ppm	7.5黑曾	105.70%	76.58%	<2ppm	0.755ppm	70ppm	<3ppm	<2ppm
2024.11	/	/	/	/	/	/	/	/	6黑曾	105.55%	76.47%	<2ppm	1ppm	85ppm	<3ppm	<2ppm
2024.12	10黑曾	117.13%	84.86%	<2ppm	1.145ppm	53.66ppm	<3ppm	<2ppm	4黑曾	106.52%	77.17%	<2ppm	1ppm	62ppm	<3ppm	<2ppm

附件3

修订工业多聚磷酸化工行业标准 实验报告

(重庆川东化工(集团)有限公司)

一、主含量

1.1 试验步骤

1.1.1 试验溶液的制备

称取约0.7 g试样，精确至0.0002 g，置于250 mL烧杯中，加20 mL混合酸和20 mL水，混匀。盖上表皿，置于电热板上缓缓加热至微沸30 min，冷却后转移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

1.1.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外，其它加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同，并与试样同时进行相同处理。

1.1.3 试验

现行标准中试验步骤（部分）

用移液管移取10 mL试验溶液和试验空白溶液分别置于250 mL烧杯中，加入15 mL硝酸溶液，用水稀释至约100 mL，盖上表面皿，置于电热板上加热至微沸30 s，冷却过程中（溶液的温度在75℃左右），加入50mL喹钼柠酮溶液（在加入试剂和加热过程中不得使用明火，不得搅拌，以免凝块），冷却至室温，冷却过程中搅拌3次~4次。

修订后的试验步骤（部分）

用移液管移取10 mL试验溶液和试验空白溶液分别置于250 mL烧杯中，加入15 mL硝酸溶液，用水稀释至约100 mL，盖上表面皿，置于电热板上加热至微沸，取下烧杯，加50mL喹钼柠酮溶液，盖上表面皿后继续加热微沸1min或置于沸水浴中保温至沉淀分层，取下，（在加入试剂和加热过程中不得使用明火，不得搅拌，以免凝块），冷却至室温，冷却过程中搅拌3次~4次。

用预先在180℃±2℃或250℃±5℃恒温干燥箱内干燥至恒重的玻璃砂坩锅抽滤，先将上层清液滤完，用倾泻法洗涤沉淀3次~4次，每次用水约25 mL。然后将沉淀移入玻璃砂坩锅中抽滤，再用水洗涤沉淀4次，将带有沉淀的玻璃砂坩锅置于180℃±2℃或250℃±5℃电热恒温干燥箱中，从温度达到设定值时计时，在180℃下干燥45 min或在250℃下干燥15 min，取出稍冷后，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至0.0002 g。

1.1.4 测定结果对比

测定结果对比见表1。

表1 多聚磷酸主含量方法结果对比表

批号	修改前	修改后	差值
1-17#	117.0	117.12	0.12
1-18#	116.52	116.68	0.15
1-21#	119.22	119.52	0.30
2-13#	118.49	118.67	0.18
2-14#	116.61	116.90	0.29
2-15#	116.63	116.88	0.25

结论：新修订的方法与原方法在结果对比上符合误差的要求范围，新方法可行。

二、砷

分别按照拟定的二乙基二硫代氨基甲酸银光度法（仲裁法）、原子荧光法测定砷，其中原子荧光测定称样量0.2g~0.3g，置于100 mL烧杯中，加30 mL水，盖上表面皿煮沸约1 min，转移至250mL容量瓶中，稀释至刻度。移取10mL于100mL容量瓶中，按标准（草案）规定方法测定。同时用ICP-OES的方法进行测定。三种方法结果对比见表2。原子荧光法回收率见表3、ICP-OES方法的回收率见表4。

ICP-OES测定方法如下：

标准曲线的绘制是取0ug、10ug、30ug、60ug、100ug砷标准溶液于100mL容量瓶中，加2.5mL电子级硝酸，加水稀释至刻度，摇匀。

样品测定：称取10g样品，加水溶解后，转移至100mL容量瓶，稀释至刻度，摇匀。移取10mL溶液于100mL容量瓶中，加2.5mL电子级硝酸，加水稀释至刻度，摇匀。

按ICP-OES规定的仪器操作，寻峰后测定。

表2 多聚磷酸主含量方法结果对比表

批号	原子荧光法，%	光度法(仲裁法)，%	ICP-OES，%
1-17#	0.0068	0.0072	0.0071
1-18#	0.0077	0.0081	0.0079
1-21#	0.0052	0.0058	0.0060
2-13#	0.0054	0.0062	0.0059
2-14#	0.0059	0.0066	0.0063

表3 原子荧光法回收率

项目 批号	样品实测 (μg)	标准加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收量 (μg)	回收率 (%)
1-21#	9.45	10	18.2	8.75	87.5
	12.23	10	20.5	8.27	82.7
	10.87	10	19.7	8.83	88.3

表4 ICP-OES回收率

项目 批号	样品实测 (μg)	标准加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收量 (μg)	回收率 (%)
1-21#	33.93	30	63.61	29.68	98.93
	33.93	40	74.26	40.33	100.82
	33.93	50	85.43	51.5	103.0

结论：通过三种方法的结果比对、回收率测定，原子荧光法、ICP-OES的方法可行。

三、硫酸盐

按标准草案中拟定的硫酸盐含量的测定-目视比浊法进行测定，测定结果及回收率见表5、表6。

表5 硫酸盐测定结果

项目	测定次数	测定结果
----	------	------

硫酸盐 (w/%)	1	<0.002
	2	未检出
	3	<0.001

表6 硫酸盐回收率的测定结果

测定次数	样品实测 (μg)	标准加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收量 (μg)	回收率 (%)
1	10	10	0	0	0
2	10	10	10	0	0

结论：此方法测定结果平行性不好，回收率结果不好，方法不可行。

3.2 重新调整后的方法

称取1g样品，加25mL水，加0.5mL盐酸溶液（20%），煮沸15min，冷却后，按GB/T 9728的规定测定。测定结果见表7，回收率测定结果见表8。

表7 硫酸盐测定结果

项目	测定次数	测定结果
硫酸盐 (w/%)	1	<0.001
	2	<0.001
	3	<0.001
	平均值	<0.001

表8 硫酸盐回收率的测定结果

测定次数	样品实测 (μg)	标准加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收量 (μg)	回收率 (%)
1	8	10	17	7	87.5
2	8	10	18	8	100
3	8	10	18	8	100

结论：此方法测定结果平行性好，回收率结果好，方法可行。

附件3（续）

云南天耀化工有限公司砷含量自测与委检结果对比

产品名称	批号	云南省产品质量监督检验研究院（原子荧光法）	公司自测 （二乙基二硫代氨基甲酸盐光度法）
115%	JLS202503181	0.0001	0.0001
	JLS202502191	0.008	0.008
	JLS202502241	0.007	0.008
	JLS202412222	0.0007	0.0007
	JLS202501091	0.0007	0.0006
	JLS202501121	0.007	0.0083
	JLS202501151	0.007	0.0081
	JLS202501061	0.007	0.0077
118%	JLS202412201	0.007	0.0078