

ICS 71.060.30
CCS G 11

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4691—XXXX
代替 HG/T 4691-2014

工业多聚磷酸

Polyphosphoric acid for industrial use

征求意见稿

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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 4691-2014《工业多聚磷酸》，与HG/T 4691-2014相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了产品分类（见第5章，2014年版的第4章）；
- b) 增加产品的规格（见6.2）；
- c) 删除了产品等级划分（见2014年版的5.2）；
- d) 增加了硫酸盐项目及指标要求（见6.2）
- e) 更改了要求中部分项目的指标（见6.2，2014年版的5.2）；
- f) 增加了硫酸盐含量的测定方法（见7.4）
- g) 增加了原子荧光法测定砷含量（见7.6）
- h) 增加了电感耦合等离子光谱法测定砷及铁含量（见7.8）。

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：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2014年首次发布为HG/T 4691-2014，本次为第一次修订。

工业多聚磷酸

警告——本产品具腐蚀性、刺激性。试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃液体时，不应使用明火加热。

1 范围

本文件规定了工业多聚磷酸的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于以工业黄磷或五氧化二磷为原料生产的工业多聚磷酸。

注：工业多聚磷酸主要用于有机合成、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。

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/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 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和判定

GB 18191 包装容器 危险品包装用塑料桶

GB/T 19161 包装容器 复合式中型散装容器

GB/T 21191 原子荧光光谱仪

GB/T 23947.1-2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第1部分：二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

GB/T 23950-2024 无机化工产品中重金属测定通用方法

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

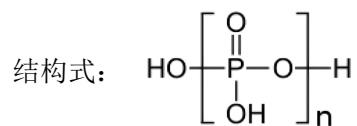
HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

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

分子通式： $\text{H}_{(n+2)}\text{P}_n\text{O}_{(3n+1)}$



5 分类

工业多聚磷酸分为2种类型和3个规格，其中Ⅰ类为低砷产品，Ⅱ类为高砷产品。3个规格为118%酸、115%酸、105%酸。

6 要求

6.1 外观：无色透明或略带浅黄色、稠状液体。

6.2 工业多聚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					
	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_3PO_4) w/%	≥ 118.0	115.0	105.0	118.0	115.0	105.0
五氧化二磷 (P_2O_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) w/%	≤ 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

7 试验方法

7.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682-2008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、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下用目视法进行判定。

7.3 磷酸和五氧化二磷含量的测定

7.3.1 重量法（仲裁法）

7.3.1.1 原理

在酸性溶液中多聚磷酸根全部转化为正磷酸根离子，与加入的沉淀剂喹钼柠酮形成沉淀。经过滤、烘干、称量，计算出磷酸和五氧化二磷含量。

7.3.1.2 试剂或材料

7.3.1.2.1 硝酸溶液：1+1。

7.3.1.2.2 混和酸：将1体积的盐酸缓缓注入4体积的硝酸溶液中，混合均匀，使用时配制。

7.3.1.2.3 喹钼柠酮溶液。

7.3.1.3 仪器设备

7.3.1.3.1 玻璃砂坩锅：滤板孔径为 $5\ \mu\text{m}$ ~ $15\ \mu\text{m}$ 。

7.3.1.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $180\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 或 $250\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 。

7.3.1.4 试验步骤

7.3.1.4.1 试验溶液的制备

称取约0.7 g试样，精确至0.000 2 g，置于250 mL烧杯中，加20 mL混合酸和20 mL水，混匀。盖上表面皿，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。

7.3.1.4.2 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。

7.3.1.4.3 试验

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50 mL喹钼柠酮溶液，盖上表面皿后继续加热微沸1 min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 $180\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 或 $250\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 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 $180\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 或 $250\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱中，从温度达到设定值时计时，在 $180\ ^\circ\text{C}$ 下干燥45 min或在 $250\ ^\circ\text{C}$ 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0.000 2 g。

7.3.1.5 试验数据处理

磷酸含量以磷酸（ H_3PO_4 ）质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.04428}{m \times (10/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——空白试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

0.044 28——磷钼酸喹啉换算成磷酸的系数。

五氧化二磷含量以五氧化二磷（ P_2O_5 ）质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.03207}{m \times (10/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——空白试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

0.032 07——磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

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 %。

7.3.2 链长法

7.3.2.1 原理

用氢氧化钠标准滴定溶液，以自动电位滴定仪记录滴定曲线，当 $pH \approx 12$ 时，根据曲线上的两个拐点所消耗的氢氧化钠的体积，计算磷酸和五氧化二磷的含量。

7.3.2.2 试剂或材料

氢氧化钠标准滴定溶液： $c(NaOH) \approx 1.00 \text{ mol/L}$ 。

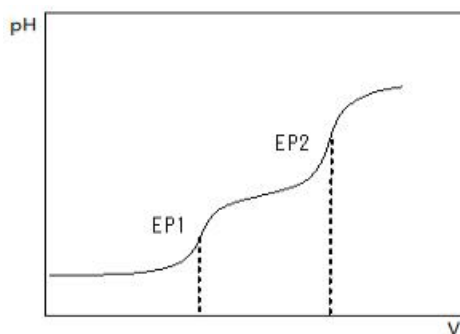
7.3.2.3 仪器设备

自动电位滴定仪。

7.3.2.4 试验步骤

称取 $0.40 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于150 mL烧杯中，加100 mL水，放入搅拌转子。置于电磁搅拌器上搅拌约5 s，用氢氧化钠标准滴定溶液在自动电位滴定仪上滴定至溶液的 $pH \approx 12$ ，记录滴定曲线的拐点EP1和EP2处（见示例）所用氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_{EP1} 和 V_{EP2} 。

示例：



7.3.2.5 试验数据处理

多聚磷酸平均链长 N ，按公式（3）计算：

$$N = \frac{2V_{EP1}}{V_{EP2} - V_{EP1}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V_{EP1} ——滴定至拐点EP1处消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积数值，单位为毫升（mL）；

V_{EP2} ——滴定至拐点EP2处消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的总总体积数值，单位为毫升（mL）。

磷酸含量以磷酸（ H_3PO_4 ）质量分数 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{98N}{80N + 18} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

N ——多聚磷酸平均链长；

98——磷酸的相对分子质量；

80——磷酸脱掉一个水分子后的相对分子质量；

18——水的相对分子质量。

五氧化二磷含量以五氧化二磷（ P_2O_5 ）质量分数 w_4 计，按公式（5）计算：

$$w_4 = 0.7245w_3 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

w_3 ——按7.3.2.4测得的磷酸（ H_3PO_4 ）的质量分数；

0.7245——磷酸换算成五氧化二磷的系数。

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 %。

注：链长法适用于规格1和规格2产品的磷酸及五氧化二磷含量测定。

7.4 氯化物含量的测定-比浊法

7.4.1 原理

在硝酸介质中，试样中氯化物与加入的硝酸银形成氯化银悬浊液，与标准比浊液比较。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 硝酸溶液：1+2。

7.4.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

7.4.2.3 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/T 3693.2 配制的氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.4.3 试验步骤

称取 $5.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 样品，置于25 mL比色管中，加水至体积约20 mL，充分摇匀。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后，与氯化物标准比浊液比较。试验溶液的浊度不大于标准比浊液所呈浊度。

标准比浊溶液的配制：用移液管移取1.50 mL（优等品）、2.50 mL（一等品、合格品）氯化物标准溶液，置于25 mL比色管中，除不加试样外，与试样同时同样处理。

7.5 硫酸盐含量的测定

7.5.1 原理

在盐酸介质中，钡离子与硫酸根离子生成难溶的硫酸钡，当硫酸根离子含量较低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体，使溶液混浊，利用硫酸盐形成的混浊度与标准比对溶液以目视比浊法测定。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 盐酸溶液：1+2。

7.5.2.2 硫酸钾乙醇溶液：0.2 g/L。称取 0.02 g 硫酸钾，溶于 100 mL 的乙醇溶液（30 %）中。

7.5.2.3 氯化钡溶液：250 g/L。

7.5.2.4 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（SO₄）0.01 mg。用移液管移取 1 mL 按 HG/T3696.2 配制的硫酸盐标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液用前配制。

7.5.3 仪器设备

比色管：25 mL。

7.5.4 试验步骤

7.5.4.1 试验溶液的制备

称取 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于50 mL烧杯中，加25 mL水及0.5 mL盐酸溶液，加热煮沸15 min，冷却至室温。

7.5.4.2 标准比浊溶液的制备

移取2.00 mL硫酸盐标准溶液，置于50 mL烧杯中，与试验溶液制备同时同样处理。

7.5.4.3 试验

在2支比色管中各加入0.25 mL硫酸钾乙醇溶液和1 mL氯化钡溶液，混匀，放置1 min。将试验溶液和标准比浊溶液全部转移至各比色管中，用水稀释至25 mL，摇匀，放置5 min。

将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管同时置于黑色背景上，在自然光下，自上向下观察。

7.5.5 试验结果判别

若试验溶液所产生的浊度不大于标准比浊溶液所产生的浊度，则符合本文件规定的指标要求；否则不符合本文件规定的指标要求。

7.6 砷含量的测定

7.6.1 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法（仲裁法）

7.6.1.1 原理

同GB/T 23947.1-2009第2章。

7.6.1.2 试剂和溶液

同GB/T 23947.1-2009第3章。

7.6.1.3 仪器

同GB/T 23947.1-2009第4章。

7.6.1.4 试验步骤

7.6.1.4.1 试验溶液的制备

称取适量试样（使所取试样中砷的质量在10 μg~200 μg之间），精确至0.000 2 g，置于100 mL烧杯中，加20 mL水充分混匀。全部转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.6.1.4.2 标准曲线的绘制

按GB/T 23947.1-2009第5.3条进行操作。

7.6.1.4.3 试验

用移液管移取10 mL试验溶液，于测砷仪器的锥形瓶中，加10 mL盐酸溶液，加水至约40 mL，摇匀。以下按GB/T 23947.1-2009第5.4条从“……加2 mL碘化钾溶液，……”开始进行操作。同时做空白试验。

7.6.1.5 试验数据处理

砷含量以砷（As）的质量分数 w_5 计，按公式（6）计算：

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m \times (10/100)} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中砷的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中砷的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

取两次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不大于0.000 3 %。

7.6.2 原子荧光法

7.6.2.1 原理

样品经预处理，其中各种形态的砷均转变成三价砷（ As^{3+} ），加入硼氢化钾与其反应，生成气态氢化砷，用氢气将气态氢化砷载入原子化器进行原子化，以砷高强度空心阴极灯作激发光源，砷原子受光辐射激发产生荧光，检测原子荧光强度，利用荧光强度在一定范围内与溶液中砷含量成正比的关系计算样品中的砷含量。

7.6.2.2 试剂或材料

7.6.2.2.1 盐酸（优级纯）。

7.6.2.2.2 硝酸（优级纯）。

7.6.2.2.3 盐酸溶液：1+19。

7.6.2.2.4 硝酸溶液：1+4。

7.6.2.2.5 硫脲-抗坏血酸混合溶液。称取 10 g 硫脲和 10 g 抗坏血酸溶于 200 mL 水中，用时现配。

7.6.2.2.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液：称取 2.0 g 氢氧化钠和 10.0 g 硼氢化钾于聚乙烯烧杯中，用水溶解并稀释至 1000 mL，贮存于棕色瓶中，该溶液现用现配。

7.6.2.2.7 砷标准贮备液：0.1 mg/mL。

7.6.2.2.8 砷标准溶液：移取 10.00 mL 砷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中，加 10.0 mL 盐酸，用水稀释至刻度，混匀。临用时移取此溶液 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，加 10.0 mL 盐酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1.00 mL 含 1 μgAs 。

7.6.2.3 仪器设备

原子荧光光谱仪：仪器性能指标符合 GB/T 21191 的规定，并配有砷高强度空心阴极灯。

7.6.2.4 试验步骤

7.6.2.4.1 玻璃仪器的预清洗

实验所用玻璃器皿使用前应于硝酸溶液浸泡24 h，然后用水冲洗干净备用。

7.6.2.4.2 校准曲线的绘制

分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL砷标准溶液于五个100 mL容量瓶中，分别加入10 mL盐酸，20 mL硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此系列溶液中砷的质量浓度分别为0、10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 、80 $\mu\text{g/L}$ 。

仪器稳定后，以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂，以盐酸溶液为载流溶液，在仪器最佳工作条件下测定其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标，相对应的砷的质量浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）为横坐标绘制校准曲线或计算回归方程。

注：使用原子荧光光谱仪测定时，所需的硼氢化钾溶液浓度、载流溶液浓度以及砷元素校准曲线线性范围、样品溶液的酸度会因仪器的型号不同而有差异，使用者可根据仪器型号选择最佳测试条件。

7.6.2.4.3 试验

称取适量样品（使所取样品中砷的质量在 $0.005\ \mu\text{g}\sim 8\ \mu\text{g}$ 之间），精确至 $0.000\ 2\ \text{g}$ 。置于 $100\ \text{mL}$ 烧杯中，加 $30\ \text{mL}$ 水，盖上表面皿煮沸约 $1\ \text{min}$ ，冷至室温后转移至 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中。加入 $10\ \text{mL}$ 盐酸、 $20\ \text{mL}$ 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按7.6.2.4.2的步骤进行测定（如有浑浊，使用中速定量滤纸干过滤后测定），由校准曲线查得或回归方程计算出砷的质量浓度的数值。

7.6.2.5 试验数据处理

砷含量砷（As）的质量分数 w_s 计，按公式（8）计算：

$$w_s = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

ρ ——由校准曲线查得或回归方程计算出的砷的质量浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

V ——溶液体积的数值，单位为毫升（ mL ）（ $V=100$ ）；

m_0 ——样品的质量的数值，单位为克（ g ）。

7.6.2.6 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与算术平均值之比不大于 10% 。

7.7 铁含量的测定

7.7.1 原理

同GB/T 3049—2006第3章。

7.7.2 试剂或材料

同GB/T 3049—2006中第4章。

7.7.3 仪器设备

分光光度计：带有光程为 $2\ \text{cm}$ 的比色皿。

7.7.4 试验步骤

7.7.4.1 工作曲线的绘制

按GB/T 3049-2006第6.3条的规定，使用2 cm的比色皿及相应的铁标准溶液，绘制工作曲线。

7.7.4.2 试验溶液的制备

称取约5 g试样，精确至0.01 g，置于250 mL烧杯中，加适量的水，充分摇匀后，用氨水溶液调节pH为2（用精密pH试纸检验），加水至约60 mL。

7.7.4.3 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，并与试样同时相同处理。

7.7.4.4 试验

将试验溶液及空白试验溶液，分别置于100 mL容量瓶中，加1 mL抗坏血酸溶液、20 mL缓冲溶液、10 mL 1,10-菲罗啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置时间不少于15 min。

使用2 cm比色皿，按GB/T 3049-2006第6.4.2条的规定测量吸光度。

从试样溶液的吸光度中减去试验空白溶液的吸光度，根据工作曲线查出试验溶液中铁的质量。

7.7.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_6 计，按公式（6）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_1 ——测得的试验溶液吸光度减去空白试验溶液的吸光度后从工作曲线上查出的铁的的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次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不大于0.000 2 %。

7.8 砷、铁含量的测定—电感耦合等离子光谱法

7.8.1 原理

试样在酸性条件下溶解后，注入电感耦合等离子体发射光谱仪，由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体。在高温和惰性气体中被充分蒸发、原子化、电离和激发，发射出所含元素的特征谱线。根据元素浓度与元素特征谱线强度的正比关系，采用标准曲线法对相应元素进行定量分析。

7.8.2 试剂或材料

7.8.2.1 硝酸：优级纯。

7.8.2.2 砷标准溶液：1 mL溶液含砷（As）0.1 mg。用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2制备的砷标准贮备溶液（或者采用经国家认证并授予标准物质证书的砷元素标准贮备溶液），置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.8.2.3 铁标准溶液：1 mL溶液含铁（Fe）分别为0.1 mg。用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2制备的铁标准贮备溶液（或者采用经国家认证并授予标准物质证书的砷元素标准贮备溶液），置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.8.2.4 水：符合GB/T 6682—2008中表1规定的二级水。

7.8.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

7.8.4 试验步骤

7.8.4.1 标准曲线的绘制

按照表 2 的规定，分别移取砷标准溶液和铁标准溶液，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸，用水稀释至刻度，摇匀。

表 2

杂质元素		移取标准溶液的体积/mL					
		1	2	3	4	5	6
砷	I 类产品	0.00	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50
	II 类产品	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
铁		0.00	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50

调试电感耦合等离子体发射光谱仪，按照表 3 给出的砷、铁元素测定波长，测定标准溶液中砷、铁元素的发射光谱强度，以标准溶液中砷、铁元素的质量（mg）为横坐标，对应的发射光谱强度为纵坐标绘制标准曲线。

表 3

元素	分析谱线波长/nm
砷	188.980
铁	238.204
可根据仪器优化各元素的分析谱线。	

7.8.4.2 试验溶液的制备

称取约 1.0 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 水和 2 mL 硝酸，搅拌均匀并冷却至室温，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.8.4.3 试验

按照标准曲线的绘制相同的条件测定试验溶液中砷、铁的发射光谱强度。从标准曲线上查出砷、铁元素的质量（mg）。

同时同样做空白试验。空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

7.8.5 试验数据处理

砷（或铁）含量以质量分数 w_x 计，按公式（8）计算：

$$w_x = \frac{(m_x - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m_x ——从标准曲线上查出的试验溶液中砷（或铁）质量的数值，单位为毫克每升（mg）；

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中砷（或铁）质量的数值，单位为毫克每升（mg）；

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与算术平均值之比不大于20%。

7.9 重金属含量的测定

7.9.1 原理

同GB/T 23950-2024的6.1.1。

7.9.2 试剂或材料

7.9.2.1 硝酸溶液：1+1。

7.9.2.2 氨水溶液：1+1。

7.9.2.3 其它同 GB/T 23950-2024 的 6.1.2。

7.9.3 试验步骤

7.9.3.1 试验溶液的制备

称取约5.0 g±0.01 g样品，置于150 mL烧杯中，加40 mL水和1 mL硝酸溶液，煮沸20 min，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.9.3.2 试样比色溶液的配制

用移液管移取20 mL试验溶液，置于50 mL比色管中，加1滴酚酞指示液，混匀。用氨水溶液调节试验溶液和标准比色溶液的pH至中性（红色刚刚褪去），然后加5 mL乙酸盐缓冲溶液，混匀。

7.9.3.3 标准比色溶液的配制

用移液管移取1 mL（规格1、规格2）或2 mL（规格3）铅标准溶液[1 mL溶液含铅（Pb）0.01 mg]，置于50 mL比色管中，加1滴酚酞指示液，用盐酸溶液或氨水溶液调节pH至中性（红色刚刚褪去），加5 mL乙酸盐缓冲溶液，混匀。

7.9.3.4 参比比色溶液的配制

用移液管移取20 mL试验溶液和1 mL（或2 mL）铅标准溶液[1 mL溶液含铅（Pb）0.01 mg]，置于50 mL比色管中，加1滴酚酞指示液，用盐酸溶液或氨水溶液调节pH至中性（红色刚刚褪去），加5 mL乙酸盐缓冲溶液，混匀。

7.9.3.5 试验

向各比色溶液的比色管中加入10 mL新制备的饱和硫化氢水溶液（或加入2滴硫化钠溶液），加水至50 mL刻度，摇匀，放置10 min。将各比色管置于白色背景下，自上向下观察。

7.9.4 试验结果判别

若试样比色溶液的颜色不深于标准比色溶液的颜色，并且参比比色溶液的颜色应与标准比色溶液的颜色相当或深于标准比色溶液的颜色，则符合本文件规定的指标要求；否则不符合本文件规定的指标要求。

8 检验规则

8.1 本文件要求中所列指标项目均为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 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多聚磷酸为一批，每批产品不得超过30 t。

8.3 按GB 6678中规定确定采样单元数，采样时将采样器垂直插入包装容器的2/3处进行采样，采样总量不少于500 mL。将所采的样品混匀后分别装于两个清洁、干燥、具有磨口塞的玻璃瓶中密封保存。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、规格、等级、批号、采样日期和采样者姓名，一瓶用于实验室样品，另一瓶保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

8.4 生产厂应保证所有出厂的产品都符合本文件要求。

8.5 检验结果有指标不符合标准要求，应重新自两倍量的包装桶中采样进行复检，复检结果即使有一项不符合本文件要求时，则整批产品为不合格。

8.6 采用GB/T 8170规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

9 标志、标签

9.1 工业多聚磷酸包装桶上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、规格、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号以及GB 190—2009中规定的“腐蚀性物品”标志。

9.2 每批出厂的工业多聚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、规格、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 工业多聚磷酸可采用塑料桶、IBC 吨桶或 ISO Tank 包装，塑料桶、IBC 吨桶应符合 GB 18191—2008、GB/T 19161—2008 的要求。产品灌装后，桶口应加内盖和外盖严格密封，每桶净含量由供需双方协商确定。

10.2 工业多聚磷酸运输过程中应确保容器无泄漏、不倒塌和坠落。不应与碱性物品、易燃物品、氧化剂等混运。运输车辆应配备泄漏应急处理设备。运输途中应防雨淋、防高温和日晒。装卸时要轻拿轻放，防止容器破裂发生泄漏。

10.3 工业多聚磷酸应贮存在阴凉、通风库房内，贮存区地面应进行防腐蚀处理。贮存过程中，不应与碱类、易燃物品、氧化剂等共贮，防止雨淋、暴晒。贮存区应配备泄漏应急处理设备和合适的收容材料。
