

中华人民共和国国家标准

GB/T 9984.11—2004
代替 GB/T 9984.11—1988

工业三聚磷酸钠 I 型含量的测定

Sodium tripolyphosphate for industrial use—Determination of I type content

2004-03-15 发布

2004-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 9984《工业三聚磷酸钠试验方法》系列标准分为 11 个部分：

- GB/T 9984.1 工业三聚磷酸钠 白度的测定
- GB/T 9984.2 工业三聚磷酸钠 总五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法
- GB/T 9984.3 工业三聚磷酸钠 离子交换柱色谱法分离测定不同形式的磷酸盐
- GB/T 9984.4 工业三聚磷酸钠 水不溶物的测定
- GB/T 9984.5 工业三聚磷酸钠和焦磷酸钠 灼烧损失的测定
- GB/T 9984.6 工业三聚磷酸钠 铁含量的测定 2,2'-联吡啶分光光度法
- GB/T 9984.7 工业三聚磷酸钠 pH 的测定 电位计法
- GB/T 9984.8 工业三聚磷酸钠 颗粒度的测定
- GB/T 9984.9 工业三聚磷酸钠 表观密度的测定 给定体积称量法
- GB/T 9984.10 工业三聚磷酸钠(包括食品工业用) 氮的氧化物含量的测定 3,4-二甲苯酚分光光度法
- GB/T 9984.11 工业三聚磷酸钠 I 型含量的测定

本部分为 GB/T 9984 的第 11 部分。

本部分代替 GB/T 9984.11—1988《工业三聚磷酸钠 I 型含量的测定》。

本部分对 GB/T 9984.11—1988 的主要修改之处是：

- 设计了新的试验装置,以电动机械搅拌装置代替原标准的人工操作,并根据装置的变化对操作进行了具体要求；
- 增加了注解,指出标准对 I 型含量大于 45% 以上的三聚磷酸钠的测定结果比 X-射线衍射法低。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心归口。

本部分起草单位：国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)。

本部分主要起草人：姚晨之、李晓辉、耿馥。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 9984.11—1988。

工业三聚磷酸钠 I 型含量的测定

1 范围

本标准规定了测定工业用三聚磷酸钠产品的 I 型含量测定的方法。
本标准适用于三聚磷酸钠中 I 型含量测定。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准

2.1

I 型, I type

工业三聚磷酸钠由于晶体内部原子排列结构不同而形成的一种晶体形态。

2.2

II 型, II type

工业三聚磷酸钠由于晶体内部原子排列结构不同而形成的另一种晶体形态。

3 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 甘油,用蒸馏水调节密度至 $1.249\text{ g/mL} \sim 1.250\text{ g/mL}$ (25°C);

3.2 蒸馏水或去离子水。

4 仪器和设备

4.1 仪器结构及尺寸见图 1,图 2 为俯视图;

4.2 双层中空玻璃容器,250 mL;

4.3 直角型精密温度计, $15^\circ\text{C} \sim 55^\circ\text{C}$,分度 0.1°C ;

4.4 电子恒速搅拌器 40 W~90 W;

4.5 秒表;

4.6 针筒注射器,不小于 50 mL,二支;

4.7 台天平,感量 0.1 g,称量 100 g 以上;

4.8 试验筛,(GB/T 6003)筛孔 $\phi 0.160\text{ mm}$,金属丝编织网筛面。

5 测试程序

5.1 准备

5.1.1 试样制备:将样品充分研细,过筛(4.8)。将通过筛孔的样品经 150°C 干燥 1 h,贮存备用。

5.1.2 试验前,仪器、试剂、样品和试验中用水都应保持在 $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 。

5.2 测定

称取试样(5.1.1) $50\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 于双层中空玻璃容器(4.2)中,装好搅拌装置(4.1),搅拌下用注射器加入 $50\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 甘油(3.1),同时开动秒表计时。用电子恒速搅拌器(4.4)控制转速在 $200\text{ r/min} \pm 20\text{ r/min}$,2 min 后停止搅拌,将直角型温度计(4.3)插入料浆中,并注意观察温度的变化,实验进行到 4 min 45 s 时,记录料浆初温(T_0)。

5 min 时,用注射器迅速加入 $25\text{ mL} \pm 0.3\text{ mL}$ 水,立即开动电动搅拌器,以 $200\text{ r/min} \pm 20\text{ r/min}$

的转速搅拌 30 s, (从加水到开始搅拌, 时间不应超过 2 s)。测定 5 min 30 s 时停止搅拌, 并观察温度的升高 (不变动仪器的位置)。当温度升高达到最大值, 转而降低 0.1℃ 的瞬间, 记录温度的最高值 (T_m)。

如果实验进行到 15 min 时, 温度仍不降低, 即取 15 min 时的温度为 T_m 。

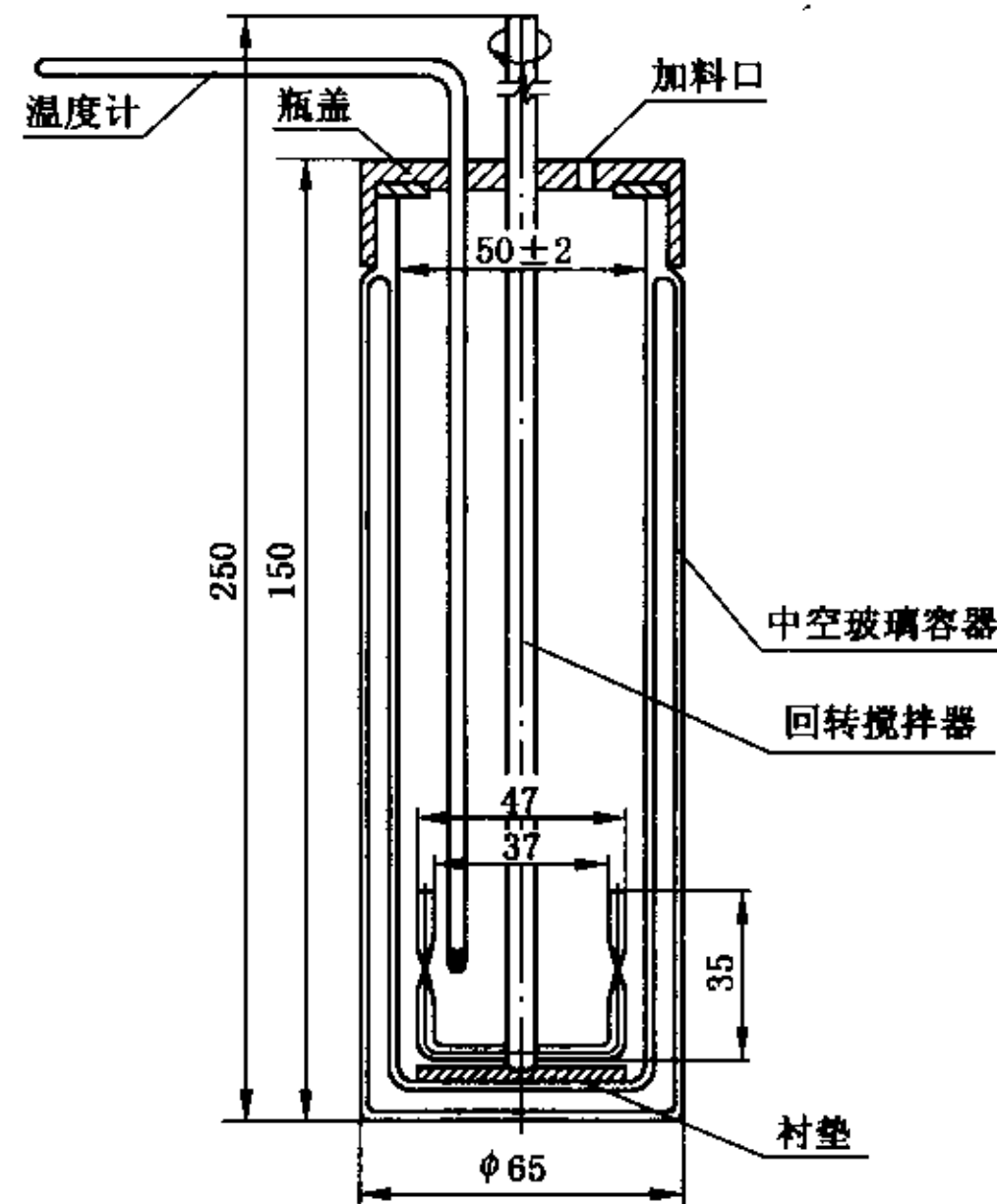


图 1 I 型含量测试装置及尺寸图

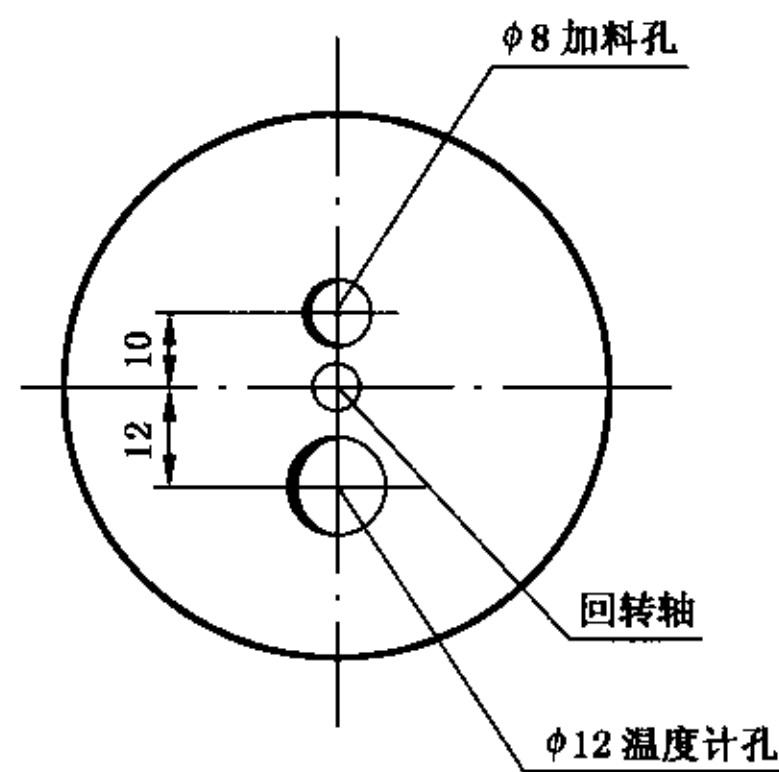


图 2 I 型含量测试装置俯视图

6 结果计算

三聚磷酸钠中 I 型含量以质量分数表示, 按下式计算:

$$w(\text{I 型})(\%) = 4(T_r - 6)$$

式中:

$$T_r(\text{温升值}) = T_m - T_0$$

注: 此公式已经 X-射线衍射法验证, 对于 I 型含量小于 45% 的产品, 结果一致; 大于 45% 的产品, 测试结果与 X-射线衍射法相比有所降低。

7 精密度

温升值 (T_r) 低于 10℃ 时, 平行测定允许误差 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

温升值 (T_r) 高于 10℃ 时, 平行测定允许误差 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

注: 仪器装置的规格和操作搅拌时间、搅拌速度应严格按照本标准规定。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 所用的参考方法；
 - b) 结果和所用的表示方法；
 - c) 测定过程中出现的任何异常现象；
 - d) 本标准未包括的任何操作或自选操作；
 - e) 试验日期及环境条件。
-