



中华人民共和国国家标准

GB/T 9984.2—2004
代替 GB/T 9984.2—1988

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

**Sodium tripolyphosphate for industrial use—
Determination of total phosphorus (V) oxide content—
Quinoline phosphomolybdate gravimetric method**

(ISO 3357:1975, Sodium tripolyphosphate and sodium pyrophosphate for industrial use—Determination of total phosphorus (V) oxide content—Quinoline phosphomolybdate gravimetric method, MOD)

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
中国国家标准化管理委员会 发布

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 2 部分。

本部分代替 GB/T 9984.2—1988《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》。

本部分修改采用 ISO 3357:1975《工业三聚磷酸钠和焦磷酸钠 总五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法》。

本部分根据 ISO 3357:1975 重新起草。由于我国的法律要求和工业的特殊需要,本部分在采用国际标准时进行了修改。这些技术性差异用垂直线标识在它们所涉及条款的页边右侧空白处,并在附录 A 中给出了技术性差异及其原因一览表以供参考。

本部分的附录 A 为资料性附录。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言。

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剂用品标准化中心归口。

本部分起草单位:国家洗涤剂用品质量监督检验中心(太原)。

本部分主要起草人:耿謩、姚晨之。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——QB 763—1980;

——GB/T 9984.2—1988。

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

1 范围

本标准规定了测定工业用三聚磷酸钠(三磷酸五钠)中总五氧化二磷含量的磷钼酸喹啉重量法。本标准亦适用于焦磷酸钠(二磷酸四钠)中总五氧化二磷含量的测定。

2 原理

在硝酸存在下,将试份煮沸水解。

在丙酮存在下,使磷酸盐成为磷钼酸喹啉沉淀。将沉淀过滤、洗涤、干燥并称量。

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 硝酸(GB/T 626)

密度约 1.4 g/mL,约 68%(质量分数)溶液。

3.2 柠檬酸钼酸钠试剂(即喹啉柠檬试剂)

溶解 70 g 二水合钼酸钠($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)(HG3-1087)于 150 mL 水中(溶液 A);

溶解 60 g 一水合柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)(GB/T 9855)于 150 mL 水和 85 mL 硝酸(3.1)的混合液中(溶液 B);

在搅拌下,将溶液 A 加入到溶液 B 中(溶液 C);

溶解 5 mL 喹啉(不含还原剂)(Q/HG 2-212)于 35 mL 硝酸(3.1)和 100 mL 水的混合液中(溶液 D);

缓慢地把溶液 D 注入溶液 C 中并混匀。在聚乙烯瓶中于暗处放置 24 h,用玻璃过滤坩埚(4.1)过滤。量取 280 mL 丙酮(GB/T 686)注入滤液中,用水稀释至 1 000 mL,混匀,贮存于另一洁净的聚乙烯瓶中。此溶液在避光下保存不超过一周。

4 仪器

常用实验室仪器和

4.1 玻璃过滤坩埚,有烧结玻璃板,孔径 $4\ \mu\text{m} \sim 10\ \mu\text{m}$ 。

4.2 烘箱,能控温 $180^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 。

5 程序

5.1 试份份

小心避免任何水分的得失,称取 1 g 试样,精确到 0.000 2 g。

5.2 空白试验

在测定的同时,按照测定的同样程序和使用相同量的全部试剂作一空白试验。

5.3 测定

5.3.1 试液的配制

将试份(5.1)用水溶解,转入 1 000 容量瓶中,稀释至刻度,充分摇匀。

此溶液临用时制备,必要时过滤。

5.3.2 试验份的水解、沉淀、过滤

移取 25.0 mL 试液(5.3.1)于一个 400 mL 烧杯中,用水稀释至 100 mL,加入 8 mL 硝酸(3.1),盖上表玻璃,置电热板上煮沸 40 min,趁热加入 50 mL 柠檬酸铅酸钠试剂(3.2),调节温度使维持 $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 约 30 s。加入沉淀试剂,不要搅拌,以免形成凝块。

冷却至室温,用预先在 180°C 干燥恒重过的玻璃过滤坩埚(4.1),以真空抽滤。用倾泻法过滤、洗涤 6 次,每次用水约 30 mL。然后用洗瓶将沉淀冲洗至过滤坩埚,再洗涤四次,每次需待水抽滤干后,再加下一份洗涤用水。

5.3.3 干燥和称量

将带有沉淀的过滤坩埚置于 $180^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的烘箱(4.2)中从温度稳定开始计时保持 45 min,然后移入盛有良好硅胶干燥剂的干燥器中冷却 30 min,称量,精确至 0.000 1 g。

6 结果计算

总五氧化二磷(P_2O_5)含量以质量分数表示,按下式计算:

$$w(\text{P}_2\text{O}_5)(\%) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m_0 \times \frac{25}{1\ 000}} \times 100$$

式中:

m_1 ——测定(5.3.3)中获得的沉淀质量, g;

m_2 ——空白试验(5.2)得到的沉淀质量, g;

m_0 ——试验份(5.1)的质量, g;

0.032 07——磷酸喹啉换算为五氧化二磷的系数;

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后一位作为测定结果。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2%,以大于 0.2% 的情况不超过 5% 为前提。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 所用的参考方法;
- 结果和所用的表示方法;
- 测定过程中出现的任何异常现象;
- 本标准未包括的任何操作或自选操作;
- 试验日期。

附录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 3357:1975 技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与 ISO 3357:1975 的技术性差异及其原因一览表。

表 A.1 本标准与 ISO 3357:1975 技术性差异及其原因

标准章条编号	本标准	ISO 章条编号	ISO 3357:1979	原 因
5.3.1	用水溶解试验份,定容至 1 L。	5.3.1	试验份用 50 mL 水溶解,加浓盐酸,装冷凝器回流 20 min 完成水解后,定容至 1 L。	用硝酸水解和用盐酸效果一样。
5.3.2	先加 8 mL 硝酸煮沸 40 min,水解试验份。趁热加入 50 mL 沉淀剂,于 75℃ 维持 30 s,冷却,不搅动沉淀。		冷时加沉淀剂,加热至 75℃ 30 s,冷却过程中搅动沉淀。	冷时加沉淀剂,再加热陈化,所生产的沉淀细小,难过滤。趁热加入沉淀剂,产生的沉淀松大,易过滤。
5.3.3	在 180℃ ± 1℃ 干燥过滤坩埚及沉淀 45 min。	5.3.3	在 250℃ ± 10℃ 干燥过滤坩埚及沉淀 15 min。	选用在 180℃ ± 1℃ 45 min 干燥沉淀已能等效的达到恒重。
7	增加了试验结果的精密度的要求。	—	无	使标准更科学严密。