



中华人民共和国国家标准

GB/T 9984—202*
代替GB/T 9984—2008

工业三聚磷酸钠试验方法

Test methods for industrial sodium tripolyphosphate

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

(报批稿)

202*_*_*_*发布

202*_*_*_*实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

目录

前言	II
引言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试样制备	1
5 白度的测定	1
6 总五氧化二磷含量的测定（磷钼酸喹啉重量法）	3
7 不同形式磷酸盐的测定（离子交换色谱法）	4
8 水不溶物的测定	8
9 灼烧损失的测定	9
10 铁含量的测定(2, 2'-联吡啶分光光度法).....	9
11 pH 的测定.....	11
12 颗粒度的测定	12
13 表观密度的测定	12
14 氮的氧化物含量的测定（3,4-二甲苯酚分光光度法）	13
15 I 型含量的测定	15
16 试验结果报告要求	17
附录 A（资料性附录） 本文件采用 ISO 标准的信息.....	18
A.1 本文件章条与有关的 ISO 标准对应信息	18
A.2 本文件第 6 章与 ISO 3357:1975 对比	18

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。

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这些专利的责任。

本文件代替GB/T 9984—2008《工业三聚磷酸钠试验方法》。与GB/T 9984—2008相比，主要变化如下：

——删去了对ISO 850:1976、ISO 851:1976、ISO R 852:1968、ISO 853:1976、ISO 2996:1974、ISO 3358:1979、ISO 5375:1979 采标信息，但正文中仍保留相应的内容（见封面）；

——更改了范围，删去了适用于食品工业用的表述（见第1章）；

——删去了对ISO 697:1981 的采标，改为引用GB/T 13173（见第13章；2008版第13章）；

——增加了采用离子色谱仪测定不同形式磷酸盐（见第7章）；

——按GB/T 1.1—2020要求对文件重新进行编辑性修改。

本文件的第4章为修改采用ISO 3357:1975《工业用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》（Sodium tripolyphosphate and sodium pyrophosphate for industrial use — Determination of total phosphorus(V) oxide content — Quinoline phosphomolybdate gravimetric method）。两者间所存在的技术性差异用垂直线标示在它们所涉及调控的页边右侧空白处，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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会归口（SAC/TC 272）。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件所代替文件的历次版本发布情况：

——GB/T 9984.1~9984.11—1988、GB/T 9984.1~9984.11—2004、GB/T 9984—2008。

引言

工业三聚磷酸钠试验方法国家标准自 1988 年发布以来，长期用于产品的质量检测中。2008 版文件中采用了九份 ISO 标准，分别为 ISO 697:1981《表面活性剂——洗衣粉——表观密度的测定——给定体积称量法》、ISO 850:1976《工业用三聚磷酸钠——水不溶物的测定》、ISO 851:1976《工业用三聚磷酸钠 pH 的测定 电位法》、ISO R 852:1968《工业用三聚磷酸钠和焦磷酸钠——铁含量的测定——2,2'-联吡啶分光光度法》、ISO 853:1976《工业用三聚磷酸钠和焦磷酸钠 灼烧损失的测定》、ISO 2996:1974《工业用三聚磷酸钠和焦磷酸钠 用机械筛测定粒度分布》、ISO 3357:1975《工业用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》、ISO 3358:1979《工业用三聚磷酸钠和焦磷酸钠 柱层析分离和测定不同形式的磷酸盐》和 ISO 5375:1979《工业用缩合磷酸钠（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》。其中 ISO 850:1976、ISO 851:1976、ISO R 852:1968、ISO 853:1976、ISO 2996:1974、ISO 3358:1979 和 ISO 5375:1979 七份文件已作废，考虑到产品实际检测中仍有测定的需要，因此本次修改中删去了相关采标信息，但保留相关测试方法。

另外，ISO 697:1981 已由国内技术对口单位修改采用，转化为相应的国家标准 GB/T 13173《表面活性剂 洗涤剂 试验方法》，因此本文件删去对 ISO 697:1981 的采用，相关测试改为引用 GB/T 13173。

工业三聚磷酸钠试验方法

1 范围

本文件规定了工业三聚磷酸钠的白度、总五氧化二磷、不同形式的磷酸盐、水不溶物、灼烧损失、铁含量、pH、颗粒度、表观密度、氮的氧化物、I型含量等11项指标的测试方法。

本文件适用于三聚磷酸钠、焦磷酸钠产品的指标测定。

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 6003.1-1997 金属丝编织网试验筛

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB.T 6682-2008，ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 9086 用于色度和光度测量的标准白板

GB/T 13173 表面活性剂 洗涤剂试验方法

GB/T 30906 三聚磷酸钠中三聚磷酸钠含量的测定 离子色谱法

JJG 512 白度计检定规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件

3.1

白度, whiteness

被测物体的白度是指该物体的表面在可见光区域内相对于完全白(标准白)物体漫反射辐射能的大小的比值,用百分数表示,即白色的程度,称为白度。

3.2

表观密度, apparent density

单位表观体积的质量。

3.3

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。

3.4

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。

4 试样制备

按GB/T 13173中规定的粉状样品分样方法将待测样品缩分至一定的量供测定使用。

5 白度的测定

5.1 仪器

5.1.1 标准白板

符合GB/T 9086的标准白板,用于校准白度计。

5.1.2 工作白板

为了测定方便,可用表面平整、无刻痕、无裂纹的白色陶瓷板作为日常测定白度的工作白板,工作白板应每月用标准白板自行标定。工作白板应置于干燥器中在避光处保存,如有污染,须用绒布或脱脂

$$Y=Y_c \dots\dots\dots (6)$$

$$Z=0.9210Z_c \dots\dots\dots (7)$$

则： x_n 、 y_n 、 $x_{n,10}$ 、 $y_{n,10}$ 亦可用D₆₅光源时的值(5.3.2)。

然后根据仪器的设计条件，将X、Y、Z值代入公式(1)至(4)中计算白度或淡色调。

5.3.4 以两次平行测得的白度(误差不超过1.0%，若大于1.0%需重测)的算术平均值保留至个位作为测定结果。

5.4 白度测定报告

白度报告单应有以下内容：

- 仪器型号
- 光源及几何条件
- 标准白板或工作白板量值
- 白度W(或W₁₀)
- T_w或(T_{w,10})
- 本方法未包括或任选的操作细节

注：5.3.1所列中性白度(又称甘茨白度)公式只可应用于下列极限范围值之内的被测试样；W或W₁₀大于40和小于5Y-280或5Y₁₀-280；T_w或T_{w,10}大于-3和小于+3；对于带明显颜色的被测试样，使用5.3.1条所列甘茨白度公式评价白度是没有意义的。

6 总五氧化二磷含量的测定(磷钼酸喹啉重量法)

6.1 原理

在硝酸存在下，将试验份煮沸水解。

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。

6.2 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符合GB/T 6682三级或以上的水。

注：适用于本文件所有试验。

6.2.1 硝酸，密度(ρ_{20})约1.4g/mL，约68%(质量分数)溶液。

6.2.2 柠檬酸钼酸钠试剂(即喹钼柠酮试剂)

溶解70g二水合钼酸钠(Na₂MoO₄·2H₂O)于150mL水中(溶液A)；

溶解60g一水合柠檬酸(C₆H₈O₇·H₂O)于150mL水和85mL硝酸(6.2.1)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5mL喹啉(不含还原剂)于35mL硝酸(6.2.1)和100mL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24h，用玻璃过滤坩埚(6.3.1)过滤。

量取280mL丙酮注入滤液中，用水稀释至1000mL，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。

6.3 仪器

常用实验室仪器和

6.3.1 玻璃过滤坩埚，有烧结玻璃板，孔径4 μ m ~ 10 μ m。

6.3.2 烘箱，能控温180 \pm 2 $^{\circ}$ C。

6.4 程序

6.4.1 试验份

小心避免任何水分的得失，称取1g试样(称准至0.001g)。

6.4.2 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。

6.4.3 测定

6.4.3.1 试液的配制

将试验份（6.4.1）用水溶解，转入1 000 mL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。

6.4.3.2 试验份的水解、沉淀、过滤

移取25.0 mL试液（6.4.3.1）于一个400 mL烧杯中，用水稀释至100 mL，加入8 mL硝酸（6.2.1），盖上表玻璃，置电热板上煮沸40 min，趁热加入50 mL柠檬酸钼酸钠试剂（6.2.2），调节温度使维持 $75\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $180\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥恒重过的玻璃过滤坩埚（6.3.1），以真空抽滤。用倾泻法过滤、洗涤六次，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。

6.4.3.3 干燥和称量

将带有沉淀的过滤坩埚置于 $180\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱（6.3.2）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，称准至0.001g。

6.5 结果计算

试样中总五氧化二磷（ P_2O_5 ）含量（ W ）以质量分数（%）表示，按式（8）计算：

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.03207}{m_0 \times \frac{25}{1000}} \times 100\% \dots \dots \dots (8)$$

式中：

W ——试样中总五氧化二磷（ P_2O_5 ）含量，单位为质量分数（%）；

m_1 ——测定（6.4.3.3）中获得的沉淀质量，单位为克（g）；

m_2 ——空白试验（6.4.2）得到的沉淀质量，单位为克（g）；

m_0 ——试验份（6.4.1）的质量，单位为克（g）；

0.03207——磷钼酸喹啉换算为五氧化二磷的系数；

25/1000——测定所取试验份体积与试样溶液体积之比。

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。

6.6 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。

7 不同形式磷酸盐的测定（离子交换色谱法）

7.1 原理

将工业三聚磷酸钠中的各种磷酸盐吸附在强碱性阴离子交换树脂柱上，利用其对树脂的亲合力不同，用递增浓度的氯化钾溶液洗提，使其按正、焦、三聚、三偏磷酸盐的顺序流出，测定相应洗提液中的五氧化二磷，计算各种磷酸盐的含量。

7.2 仪器

常用实验室仪器和

7.2.1 离子交换柱，玻璃管内径 10 mm，长 400 mm，管底收缩，配一玻璃活塞（25 mL 滴定管可适用），见图 1；

单位：mm

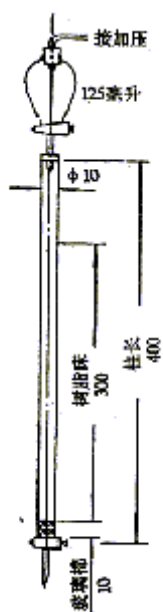


图1 离子交换柱

7.2.2 分液漏斗，125 mL，固定在铁环上与交换柱顶部连接；

7.2.3 玻璃棉；

7.2.4 烧杯，400 mL；

7.2.5 玻璃过滤坩埚，烧结玻璃板孔径 $4\ \mu\text{m} \sim 10\ \mu\text{m}$ ；

7.2.6 硬质玻璃试管， $\Phi 25\ \text{mm} \times 200\ \text{mm}$ ；

7.2.7 水浴锅，可控温于微沸；

7.2.8 分光光度计，波长范围 $350\ \text{nm} \sim 800\ \text{nm}$ 。

7.3 试剂与材料

7.3.1 离子交换树脂，强碱性阴离子型，氯型，粒度 $0.07\ \text{mm} \sim 0.16\ \text{mm}$ 。在 $4\ \text{mol/L}$ 盐酸溶液中浸泡一周，用水以倾泻法洗至洗液澄清，保存于水溶液中备用；

7.3.2 缓冲溶液 ($\text{pH}=4.3$)：溶解 $51\ \text{g}$ 三水合乙酸钠 ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 和 $46\ \text{mL}$ 冰乙酸于水中，用水稀释至 $1\ 000\ \text{mL}$ 。

7.3.3 钼酸铵-硫酸溶液 ($7.2\ \text{g/L}$)：溶解 $7.2\ \text{g}$ 四水合钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于水中，加入 $400\ \text{mL}$ 浓度为 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=10\ \text{mol/L}$ 的硫酸，用水稀释至 $1\ 000\ \text{mL}$ 。此溶液中硫酸浓度为 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=4\ \text{mol/L}$ ，含三氧化钼 (MoO_3) 约 $6\ \text{g/L}$ 。

7.3.4 抗坏血酸， $25\ \text{g/L}$ 溶液，每隔 $2 \sim 3$ 天重配；

7.3.5 盐酸，约 $2\ \text{mol/L}$ 溶液；

7.3.6 氯化钾， 0.15 、 0.25 、 0.50 和 $0.75\ \text{mol/L}$ 溶液，每种溶液 $1\ \text{L}$ 中含缓冲溶液 (7.3.2) $10\ \text{mL}$ ；

7.3.7 五氧化二磷标准溶液 (含 $\text{P}_2\text{O}_5\ 1.00\ \text{mg/mL}$)：将磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 在 $110\ ^\circ\text{C}$ 烘 $2\ \text{h}$ ，在干燥器中冷却后准确取 $1.9165 \sim 1.9175\ \text{g}$ ，加水溶解，移入 $1\ 000\ \text{mL}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.3.8 五氧化二磷标准使用溶液 (含 $\text{P}_2\text{O}_5\ 10\ \mu\text{g/mL}$)：准确吸取 $10.0\ \text{mL}$ 五氧化二磷标准溶液 (7.3.7) 于 $1\ 000\ \text{mL}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.4 程序

7.4.1 准备工作

7.4.1.1 离子交换柱的准备

将离子交换柱（7.2.1）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（7.3.1）倒入柱内，使树脂床高为30 cm，用盐酸（7.3.5）浸设备用。用前按树脂再生步骤中使用前的处理过程处理后，即可进样。

7.4.1.2 树脂的再生

每次试样洗脱分离完毕，用盐酸（7.3.5）200 mL 流过树脂床且浸泡过夜使树脂再生。再次试验前使 50 mL 盐酸（7.3.5）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，用水先慢速洗树脂，然后以 5.5 mL/min ~ 6.0 mL/min 流速洗至流出液的 pH 值为 4.5 ~ 5.0（用水约 80 mL）。维持液面高于树脂层 1 cm，关闭交换柱和分液漏斗的活塞，备用。

离子交换柱树脂床中不能有气泡；每次分离完毕，树脂必须再生；在再生树脂和分离试样的全过程中要保持柱中液面高出树脂层约 1 cm，不能流干。

7.4.1.3 树脂批号或交换柱参数的变更

当树脂批号或交换柱参数改变时，需按（7.4.1.5）选择最佳分离条件的程序，用已知组成的试样，选用合适的洗提溶液，核对离子交换柱色谱分离的准确性。

7.4.1.4 标准曲线的制作

准确吸取五氧化二磷标准使用溶液（7.3.8）0、2、4、6、8、10、15、20、25mL，分别移入硬质玻璃试管（7.2.6）中，加水稀释至 25 mL，加入钼酸铵--硫酸溶液（7.3.3）10mL，抗坏血酸溶液（7.3.4）2mL，在沸水浴（7.2.7）中加热至少 30 min，保证水解完全。冷却至室温，分别移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。用分光光度计（7.2.8）在 650 nm 处，以 2 cm 比色池用水作参比测定系列溶液的吸光度。以各溶液的吸光度减去空白溶液的吸光度得到的净吸光度（A）为纵坐标，五氧化二磷含量（ μg ）为横坐标绘制标准曲线。

注：五氧化二磷标准使用溶液0 mL作为空白试验溶液。

7.4.1.5 选择最佳色谱分离条件

三聚磷酸钠试样中各种磷酸盐的彼此分离与离子交换树脂的性能，交换柱参数，树脂床高，洗脱液浓度，pH 值和流速等因素有关。

在选定离子交换柱以后，装入处理好的树脂，然后按测定程序称样，制备试样溶液，进样，加入洗脱溶液，每5mL流出液收作一份，按7.4.1.4条分别测定吸光度，绘制流出曲线，从而确定最佳分离条件。本标准选用内径10 mm柱，树脂床高300 mm，柱流速5.5 mL/min ~ 6.0 mL/min，用0.15 mol/L氯化钾溶液70 mL、0.25 mol/L氯化钾溶液90 mL、0.50 mol/L氯化钾溶液90 mL、0.75 mol/L氯化钾溶液70 mL依次洗脱正、焦、三聚、三偏磷酸钠。如图2所示。

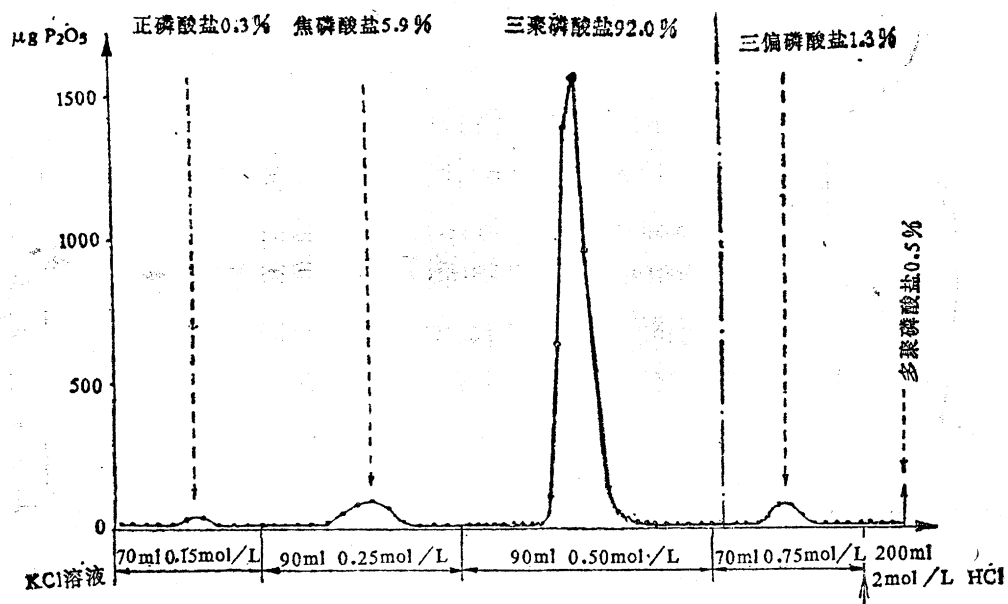


图2 测定洗提条件的示范图

7.4.2 分离

7.4.2.1 试验溶液的配制

称取 1 g 试样 (称准至 0.001 g), 加水溶解, 移入 500 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 缓冲溶液 (7.3.2), 用水稀释至刻度, 混匀 (若混浊需过滤)。

7.4.2.2 色谱分离

准确吸取 10 mL 试样溶液于交换柱上端的分液漏斗中, 打开分液漏斗和交换柱的活塞, 使试液流入树脂床, 用 0.15 mol/L 氯化钾溶液 (7.3.6) 10 mL 冲洗分液漏斗, 再加 0.15 mol/L 氯化钾溶液 (7.3.6) 60 mL, 控制流速 5.5 mL/min ~ 6.0 mL/min, 洗提分离正磷酸盐组分, 收集于 100 mL 容量瓶中; 用 0.25 mol/L 氯化钾溶液 (7.3.6) 90 mL 洗提分离焦磷酸盐组分, 收集于 250 mL 容量瓶中; 用 0.50 mol/L 氯化钾溶液 (7.3.6) 90 mL 洗提分离三聚磷酸盐组分, 收集于 400 mL 烧杯 (7.2.4) 中; 用 0.75 mol/L 氯化钾溶液 (7.3.6) 70 mL 洗提分离三偏磷酸盐组分, 收集于 100 mL 容量瓶中。

7.4.2.3 测定各洗出液中五氧化二磷含量

7.4.2.3.1 正、焦和三偏磷酸盐流出液的测定

将正、焦和三偏磷酸盐流出液分别用水稀释至刻度, 混匀。分别取 25 mL 按 7.4.1.4 条加入钼酸铵-硫酸溶液 (7.3.3) 10 mL 及其后相同程序测定各组溶液溶液的吸光度, 同时进行空白试验, 以试样溶液的净吸光度, 由标准曲线查得五氧化二磷的含量, 计算该组分的五氧化二磷总量 (g)。

7.4.2.3.2 三聚磷酸盐流出液的测定

用全部流出液, 按照本标准第 6 章测定五氧化二磷含量 (g)。

7.5 结果计算

试样中各种形式磷酸钠的含量 (w_i) 以质量分数 (%) 表示, 按式 (9) 计算:

$$w_i = \frac{m_i}{m_0} \times F_i \times 100\% \dots \dots \dots (9)$$

式中:

w_i ——试样中正磷酸钠、焦磷酸钠、三聚磷酸钠、三偏磷酸钠的含量, 单位为质量分数 (%);

m_i ——由 i 种流出液中测得的五氧化二磷总量, 单位为克 (g);

m_0 ——试验份 (7.4.2.1) 的质量, 单位为克 (g);

F_i ——从五氧化二磷计算相应磷酸钠的换算系数, 分别如下:

正磷酸钠 (Na_2HPO_4)	$F_i=2.000$
焦磷酸钠 ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$)	$F_i=1.873$
三聚磷酸钠 ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$)	$F_i=1.728$
三偏磷酸钠 [$(\text{NaPO}_3)_3$]	$F_i=1.437$

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。

7.6 精密度

在重复性条件下获得的三聚磷酸钠组份两次独立测定结果的绝对差值不大于0.5%, 以大于0.5%的情况不超过5%为前提。

7.7 试样中各种形式的磷酸盐也可以离子色谱仪配套电导检测器测定, 具体方法按照 GB/T 30906 的规定。

8 水不溶物的测定

8.1 原理

将试验份溶解, 过滤分离不溶物, 干燥并称重。

8.2 仪器

常用实验室仪器和

8.2.1 玻璃过滤坩埚, 烧结玻璃板孔径 $16\ \mu\text{m} \sim 40\ \mu\text{m}$;

8.2.2 电烘箱, 能控温在 $110\ \text{°C} \pm 5\ \text{°C}$ 。

8.3 程序

8.3.1 试验份

称取约 10 g 试样, 称准至 0.1g。

8.3.2 测定

将试验份 (8.3.1) 置于 400 mL 烧杯中, 用约 200 mL 水溶解。

煮沸该溶液约 10 min, 稍微冷却即用玻璃过滤坩埚 (8.2.1) 真空过滤。玻璃过滤坩埚 (8.2.1) 已预先在 $110\ \text{°C} \pm 5\ \text{°C}$ 的烘箱 (8.2.2) 中干燥 2 h, 在干燥器中冷却后称量 (称准至 0.001g)。洗涤沉淀直至滤液无磷酸盐 (定性检验)。

将坩埚置于 $110\ \text{°C} \pm 5\ \text{°C}$ 的烘箱 (8.2.2) 中并保持此温度 2 h。然后从烘箱中取出坩埚, 置于干燥器中, 冷却后称量 (称准至 0.001g)。

在干燥器中冷却的时间应与称空坩埚皮重时冷却的时间相同。

8.4 结果计算

试样中水不溶物含量 (G) 以质量分数 (%) 表示, 按式 (10) 计算:

$$G = \frac{m_1}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (10)$$

式中:

G——试样中水不溶物含量, 单位为质量分数 (%);

m_1 ——过滤并干燥后水不溶物的质量, 单位为克 (g);

m_0 ——试验份 (8.3.1) 的质量水不溶物含量 (G) 以质量分数 (%)。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后两位作为测定结果。

8.5 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0.01%，以大于0.01%的情况不超过5%为前提。

9 灼烧损失的测定

9.1 原理

试验份在550℃±25℃灼烧至恒重。

9.2 仪器

常用实验室仪器和

9.2.1 瓷坩埚，直径约25 mm；

9.2.2 电热高温炉，能控制在550℃±25℃。

9.3 程序

9.3.1 试验份

称取约5 g试样（称准至0.001 g）于瓷坩埚（9.2.1）中。瓷坩埚预先经550℃灼烧，在干燥器内冷却后称量（称准至0.001 g），直至恒重。

9.3.2 测定

将盛有试验份（9.3.1）的坩埚置于高温炉（9.2.2）中，开始加热并逐渐升温至550℃±25℃，维持此温度约1 h。然后从高温炉中取出坩埚置于干燥器中，令其冷却并称重（称准至0.001 g）。重复于550℃±25℃加热、冷却、称重，直至连续两次称量的质量偏差不大于0.000 2 g，即视为恒重。

9.4 结果计算

试样的灼烧损失量（ S ）以质量分数（%）表示，按式（11）计算：

$$S = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (11)$$

式中：

S ——试样灼烧损失量，单位为质量分数（%）；

m_1 ——灼烧前坩埚和试验份的质量，单位为克（g）；

m_2 ——灼烧后坩埚和试验份的质量，单位为克（g）；

m_0 ——试验份（9.3.1）质量，单位为克（g）。

以两次平行测定结果的算术平均值表示到小数点后一位作为测定结果。

10 铁含量的测定（2, 2'-联吡啶分光光度法）

注：本方法适用于含铁量（以Fe表示）在0.001%以上的产品。

10.1 原理

在盐酸存在下，煮沸样品溶液1 h，使三价铁离子游离出来。

用盐酸羟胺将三价铁离子还原成二价铁离子。加入2, 2'-联吡啶溶液及乙酸铵溶液，使试液的pH值为3.0～3.2。在温度75℃左右，二价铁离子可生成红色的2, 2'-联吡啶络合物 $[\text{Fe}(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)_3]\text{Cl}_2$ 。在波长522 nm处测量红色络合物的吸光度。

10.2 试剂

10.2.1 盐酸，1:1（体积比）溶液；

10.2.2 稀硫酸，60份浓硫酸稀释至1000份（按体积）；

10.2.3 2, 2'-联吡啶，5 g/L 盐酸溶液；

溶解 2, 2'-联吡啶 0.50 g 于 20 mL 盐酸 (10.2.1) 中并用水稀释至 100 mL (此溶液贮于冰箱中, 有效期可达数月)。

10.2.4 乙酸铵, 300 g/L 溶液;

10.2.5 盐酸羟胺, 100 g/L 溶液;

此溶液在冰箱内可存放 2 周。

10.2.6 铁标准储液, 含铁 2.00 g/L;

准确称取 7.022 g 六水合硫酸亚铁铵于 50 mL 烧杯中, 加入 50 mL 硫酸 (10.2.2), 定量转移至 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

此溶液含铁 (Fe) 2.0 mg/mL。

10.2.7 铁标准使用溶液, 含铁 0.020g/L。

临用前移取 10.0 mL 铁标准储液 (10.2.6) 于 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。

此溶液含铁 (Fe) 20 μ g/mL。

10.3 仪器

常用实验室仪器和

10.3.1 pH 计, 精度至少 0.1 pH 单位, 附有玻璃测量电极和甘汞参比电极;

10.3.2 分光光度计。

10.4 程序

10.4.1 校正曲线的制作

在 5 个 100 mL 烧杯内, 分别定量移入表 1 规定量的铁标准使用溶液 (10.2.7)。

表 1 铁标准使用溶液的移取量

铁标准使用溶液的体积/mL	0 ^a	5.0	10.0	15.0	25.0
相应的铁含量/ μ g	0	100	200	300	500
^a 空白试验溶液					

向每个烧杯各加入 10 mL 盐酸(10.2.1), 用水稀释至约 50 mL。再各加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(10.2.5), 10 min 后, 加入 2, 2'-联吡啶溶液 (10.2.3) 5 mL。静置 10 min 后, 先加入 15 mL 乙酸铵溶液 (10.2.4), 以 pH 计指示, 再加乙酸铵溶液, 调节溶液的 pH 值为 3.0 ~ 3.2。然后定量转移至 100 mL 容量瓶中, 于 70 $^{\circ}$ C ~ 75 $^{\circ}$ C 水浴中加热 15 min, 冷却至室温后, 稀释至刻度, 混匀。

注: pH 计用的校正溶液为酒石酸氢钾饱和溶液 (25 $^{\circ}$ C 时, pH=3.56)。

用分光光度计 (10.3.2) 在 522 nm 处, 以 1 cm 比色池, 水作参比测定各溶液的吸光度。以各溶液的吸光度减去空白溶液的吸光度得到的净吸光度为纵坐标, 铁 (Fe) 含量 (μ g) 为横坐标绘制校正曲线。

10.4.2 测定

称取 2.0 g 试样 (称准至 0.001 g) 两份于两个 100 mL 烧杯内, 同时另取一个 100 mL 烧杯作空白试验。向各烧杯分别加入 20 mL 盐酸溶液 (10.2.1) 及 15 mL 水, 搅匀, 盖上表面皿, 在电炉上煮沸 1 h, 冷却后用水转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。若溶液不清澈, 用中速定性滤纸过滤。

移取 50.0 mL 溶液至 100 mL 烧杯中, 再按 10.4.1 条“加入 1 mL 盐酸羟胺溶液 (10.2.5)”及其后相同程序和试剂加入量测定各溶液的吸光度。用试验溶液的净吸光度从校正曲线 (10.4.1) 上查得相应的铁含量 (μ g)。

10.5 结果计算

试样中铁含量 (H), 以铁 (Fe) 的质量分数 (%) 表示, 按式 (12) 计算:

$$H = \frac{2A}{m_0 \times 10^4} \times 100\% \dots \dots \dots (12)$$

式中:

H ——试样中铁含量, 以质量分数表示 (%);

A ——试验溶液净吸光度相应的铁的含量, 单位为微克 (μg);

m ——试验份 (10.4.2) 的质量, 单位为克 (g)。

以两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

10.6 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0.000 6 %, 以大于0.000 6 %的情况不超过5 %为前提。

11 pH的测定

11.1 试剂

应使用新煮沸并冷却到室温的蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

11.1.1 四硼酸钠, $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 缓冲溶液;

溶解 $3.81 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 十水合四硼酸钠 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 于水中, 定量转移至 1 000 mL 单刻度容量瓶中, 稀释至刻度并混匀。

将此溶液贮于无二氧化碳的密闭塑料瓶中, 一个月至少更换一次。

此溶液在不同温度下的 pH 如表 2 所示:

表 2 四硼酸钠缓冲溶液在不同温度下的 pH

温度/ $^{\circ}\text{C}$	15	20	25	30
pH	9.26	9.22	9.18	9.14
注: 温度每升高 1°C , pH变化-0.008个pH单位				

11.1.2 四硼酸钠和氢氧化钠缓冲溶液;

将 0.01 mol/L 的氢氧化钠溶液 100 mL 加入到 100 mL 四硼酸钠缓冲溶液 (11.1.1) 中并混匀。

该溶液在不同温度时的 pH 如表 3 所示。

表 3 四硼酸钠和氢氧化钠缓冲溶液在不同温度下的 pH

温度/ $^{\circ}\text{C}$	15	20	25	30
pH	9.64	9.61	9.58	9.55
注: 温度每升高 1°C , pH变化-0.006个pH单位				

11.2 仪器

常用实验室仪器和

11.2.1 pH 计 (或酸度计), 灵敏度 0.05 pH 单位, 配有玻璃测量电极和甘汞参比电极, 如 231 型玻璃电极和 232 型甘汞电极。

11.3 程序

11.3.1 试验份

称取 1.0 g 试样 (称准至 0.01 g)。

11.3.2 试验溶液的配制

放 50 mL 水至 250 mL 烧杯中, 在玻璃棒搅拌下, 小量地加入试验份 (11.3.1), 至溶解完全。

将此溶液定量转移到 100 mL 单刻度容量瓶中, 稀释至刻度并混匀。

注: 试验溶液临用前现配。

11.3.3 测定

将容量瓶中的内容物转移到 250mL 的干烧杯中，用预先经缓冲溶液（11.1.1）或（11.1.2）校准过的 pH 计（11.2.1）测量其 pH。所选缓冲溶液的 pH 应略低于待测试验溶液，但不得低过该试验溶液 pH 的 0.5 pH 单位。

pH 计的校准和试验溶液 pH 的测定应在相同温度下进行。

11.4 结果的表示

用 pH 单位表示测量结果，精确至 0.05 pH 单位，并标明测量温度。

12 颗粒度的测定

12.1 原理

将试样用规定孔径的筛子，经机械振荡器筛分，分别称取留于筛子上及底盘中试样的质量，以对试样的百分率表示之。

12.2 仪器

常用实验室仪器和

12.2.1 试验筛，符合 GB/T 6003.1 的规定，筛框直径 $D = 200 \text{ mm}$ ，金属丝编织网筛面。按待测产品标准的要求选取一套规定孔径的筛子，配以底盘和筛盖；

12.2.2 电动振荡器，振幅 36 mm，频率 243 次/min；

12.2.3 天平，感量 0.01 g；

12.3 程序

12.3.1 把按要求选取的一套规定孔径的清洁、干燥的筛子（12.2.1），按孔径从小到大的顺序，从下而上重叠为一筛组，将筛组置于底盘之上，一起装在电动振荡器上。

12.3.2 称取待测试样 100 g（称准至 0.1g），置于上层筛中，加筛盖。

12.3.3 开动振荡器，筛振 $4 \text{ min} \pm 30 \text{ s}$ ，停止振荡后取下底盘和筛组，分别收集并称取各筛子及底盘中的试样质量（附着于筛面上的粒子用刷子仔细拂下）。

12.3.4 另取一只经分样器分样的试样，重复进行上述试验。

12.4 结果计算

根据筛盘上残留的试验份质量 (A_i)，按式 (13) 计算颗粒通过百分率：

$$A_i = \frac{\sum B_i}{m_0} \times 100\% \dots \dots \dots (13)$$

式中：

A_i ——经 i 筛层的通过率，单位为质量分数 (%)；

$\sum B_i$ —— i 筛层以下各层（不包括 i 筛层）和底盘上试验份质量之和，单位为克 (g)；

m_0 ——试验份的质量 (12.3.2)，单位为克 (g)。

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。

12.5 精密度

进行颗粒度试验时，各层筛上和底盘中残留试验份的质量之和 ($\sum B_i$)，与投入试验份的质量 (m) 相比，减少量 ($\frac{m - \sum B_i}{m} \times 100$) 应不大于 1%，否则须重新测定。

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 1.5%，以大于 1.5% 的情况不超过 5% 为前提。

13 表观密度的测定

按 GB/T 13173 相关条款测定。

14 氮的氧化物含量的测定（3,4-二甲苯酚分光光度法）

注：本方法适用于以氮（N）计的氧化物含量等于或大于 2 mg/kg 的三聚磷酸钠产品。

14.1 原理

用高锰酸钾将试样中三价氮氧化成五价氮。

五价氮与3,4-甲苯酚在规定条件下反应生成硝酸盐的衍生物。蒸馏硝酸盐的衍生物并用氢氧化钠溶液吸收。在波长约435 nm处对黄色的硝基苯酚进行分光光度测量。

14.2 试剂

14.2.1 乙酸高汞；

14.2.2 硫酸约 80%（质量分数）的溶液；

将 800 mL 硫酸（密度 $\rho_{20} \approx 1.84$ g/mL）小心加入到 200 mL 水中，并加热至放出白烟以除去硫酸中氮的氧化物。冷却，将此发烟酸加入到另外的 200 mL 水中，并再次加热至发烟。再重复一次稀释和发烟。冷却，在搅拌下将该硫酸 750 mL 加入到 250 mL 水中。

14.2.3 3,4-二甲苯酚，50 g/L 乙酸溶液；

取 3,4-二甲苯酚 5 g 溶解于乙酸中，并用乙酸稀释至 100 mL。

此溶液在低于 5℃ 贮存

14.2.4 高锰酸钾，约 16 g/L 溶液；

14.2.5 氢氧化钠，约 80 g/L 溶液；

14.2.6 过氧化氢，2.5 份过氧化氢浓溶液稀释至 1 000 份（按体积）；

14.2.7 硝酸钾，相当于每毫升含氮 500 μ g 的标准溶液；

称取预先在 120℃ 干燥 2 h 并在干燥器中冷却了的硝酸钾 3.609 g（称准至 0.001 g）。溶解于少量水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度并混匀。1 mL 此标准溶液含氮 500 μ g。

14.2.8 硝酸钾，相当于每毫升含氮 5 μ g 的标准溶液。

移取 10.0 mL 标准硝酸钾溶液（14.2.7）于 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度并混匀。

1 mL 此标准溶液含氮 5 μ g。

14.3 仪器

常用实验室仪器和

14.3.1 水浴，能控制在 35 $^{\circ}$ C \pm 1 $^{\circ}$ C；

14.3.2 蒸馏装置，带有 24/29 锥形磨口玻璃接头和下列部件（见图 3）；

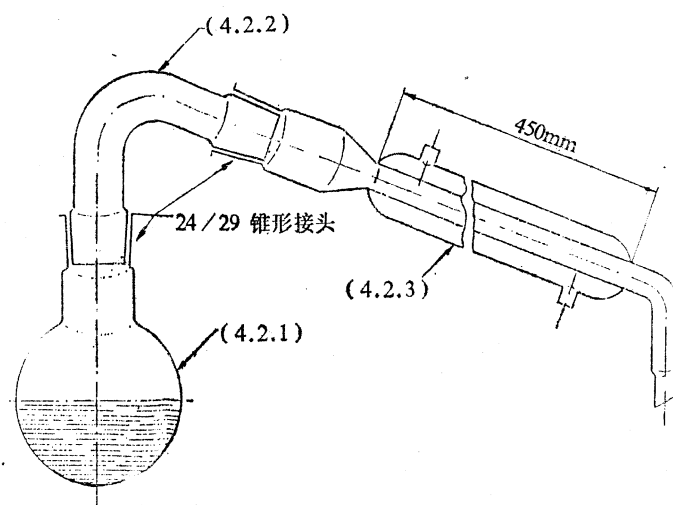


图3 蒸馏装置

14.3.2.1 蒸馏烧瓶，容积为 250 mL；

14.3.2.2 回收弯头，75°角；

14.3.2.3 李比希式冷凝器（即直管冷凝器），水循环，有效长度约 450 mm，与回收弯头（14.3.2.2）相接；

14.3.3 分光光度计。

14.4 程序

注意：蒸馏残液含有汞盐，为防止废水污染，溶液可以如下处理以除去和回收汞盐：

- a) 将残液收集于一容积合适的容器中；
- b) 用过量的亚硫酸钠在碱性介质中沉淀汞；
- c) 过量亚硫酸盐用过氧化氢氧化以防止汞以聚亚硫酸盐形式重新溶解；
- d) 倾析滤去无汞溶液；
- e) 将不溶性残渣转入贮藏容器，日后由专门公司回收汞。

14.4.1 试验份

称取试样约 1g（称准至 0.001 g）。

14.4.2 空白试验

按同样程序，应用测定中所用同量全部试剂，在测定的同时作一空白试验。

14.4.3 校正曲线的制作

14.4.3.1 光度测量用标准比色溶液的制备（采用光径长度为 4 cm 或 5 cm 的比色池）。

在七个蒸馏瓶（14.3.2.1）中，按表 4 体积加入标准硝酸钾溶液（14.2.8），每瓶内容物用水稀释到 5 mL 并作如下处理：

将蒸馏瓶（14.3.2.1）置入冰水浴中，各瓶加入 0.200 g 乙酸高汞（14.2.1）。然后，在搅拌下一小部分、一小部分地缓缓加入 15 mL 硫酸溶液（14.2.2），使温度始终不超过 35 °C。逐滴加高锰酸钾溶液（14.2.4），其量应能使溶液转为粉红色且稳定数分钟，再逐滴滴加过氧化氢溶液（14.2.6）使溶液脱色。从冰水浴上取下烧瓶，加入 3,4-二甲苯酚溶液（14.2.3）1 mL，搅拌并将烧瓶置入水浴（14.3.1），控温 35°C ± 1°C，不时地搅拌。30 min 后，在搅拌下小心加水 100 mL。

注：加入乙酸高汞是为避免氯化物的干扰。

表 4 标准硝酸钾溶液的移取量

标准硝酸钾溶液（14.2.8）/mL	相应含氮量/μg	标准硝酸钾溶液（14.2.8）/mL	相应含氮量/μg
0 ^a	0	3.0	15
0.4	2	4.0	20
1.0	5	5.0	25
2.0	10	^a 补偿溶液	

14.4.3.2 蒸馏

将烧瓶与装置（14.3.2）相连接上，加热至沸后在约 15 min 内收集 30 mL 馏出物于一盛有 10 mL 氢氧化钠溶液（14.2.5）的 50 mL 单刻度容量瓶中。停止冷凝水的循环，并再蒸出几毫升。将盛有蒸馏物的容量瓶冷却到室温，稀释至刻度并混匀。

14.4.3.3 分光光度测量

15 min 后用分光光度计（14.3.3）在最大吸收波长约 435 nm 处进行测量，仪器要在补偿溶液校正到零点吸收后方可进行。

14.4.3.4 曲线图的绘制

以 50 mL 标准溶液中的含氮 (N) 量 (μg) 为横坐标, 相应的吸光度值为纵坐标作图。

14.4.4 测定

14.4.4.1 试液的制备

14.4.4.1.1 如试验份 (14.4.1) 中含有 $2\ \mu\text{g} \sim 25\ \mu\text{g}$ 以氮 (N) 计的氮的氧化物, 可直接置入蒸馏瓶 (14.3.2.1), 加水 5 mL 后, 按 14.4.4.1.3 进行。

14.4.4.1.2 如试验份 (14.4.1) 含氮的氧化物量 (以 N 计) 超过 $25\ \mu\text{g}$, 可先溶于水, 然后定量转移此溶液于一容积适宜的容量瓶中, 稀释至刻度并混匀。该溶液每 5 mL 应含有 $2\ \mu\text{g} \sim 25\ \mu\text{g}$ (N)。将此溶液 5.0 mL 移入蒸馏瓶 (14.3.2.1) 中后按 14.4.4.1.3 进行。

14.4.4.1.3 将蒸馏瓶及内容物放入冰水浴并加入 0.200 g 乙酸高汞 (14.2.1)。然后在搅拌下非常缓慢地一小部分、一小部分地加入 15 mL 硫酸溶液 (14.2.2), 使温度始终不超过 35°C 。逐滴加高锰酸钾溶液 (14.2.4) 至出现的粉红色稳定数分钟。然后逐滴加入过氧化氢溶液 (14.2.6) 使溶液脱色。从冰水浴上取下烧瓶, 加入 3,4-二甲苯酚溶液 (14.2.3) 1 mL, 搅拌并置烧瓶于水浴上 (14.3.1), 控温于 $35\ ^\circ\text{C} \pm 1\ ^\circ\text{C}$, 不断地搅拌, 30 min 后, 在搅拌下向烧瓶内小心加入 100 mL 水。

14.4.4.2 蒸馏

将烧瓶与蒸馏装置 (14.3.2) 连接并按 14.4.3.2 进行蒸馏。

14.4.4.3 分光光度测量

试液 (14.4.4.2), 空白溶液 (14.4.2) 按 14.4.3.3 规定进行分光光度测量。仪器须先用水校正至零吸光度。

14.5 结果计算

由试验溶液的净吸光度从标准曲线 (14.4.3.4) 上查得相应的含氮 (N) 量 (μg)。

试样中氮 (以 N 计) 的含量 (R), 单位为 mg/kg , 按式 (16) 计算:

$$R = \frac{m_3 - m_2}{m_0} \times D \dots\dots\dots (16)$$

式中:

R ——试样中氮 (以 N 计) 的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

m_1 ——试液中测得的氮量, 单位为微克 (μg);

m_2 ——空白试液中测得的氮量, 单位为微克 (μg);

m_0 ——试验份 (14.4.1) 的质量, 单位为克 (g);

D ——试液体积 (mL) 对测定用体积 (mL) 之比 (以全部试液进行测定时 D 等于 1)。

以两次测定结果的算术平均值表示至个位作为测定结果。

15 I 型含量的测定

15.1 试剂与材料

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

15.2 仪器

15.2.1 仪器结构及尺寸见图 4, 图 5;

15.2.2 双层中空玻璃容器, 250 mL;

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

15.2.4 电子恒速搅拌器 40 W \sim 90 W;

15.2.5 秒表;

15.2.6 针筒注射器, 不小于 50 mL, 二支;

15.2.7 台天平，感量 0.1g，称量 100 g 以上；

15.2.8 试验筛，符合 GB/T 6003.1 的规定，筛孔 $\text{Ø}0.160\text{ mm}$ ，金属丝编织网筛面。

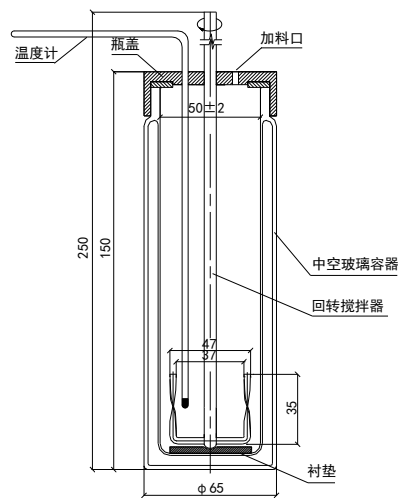


图4 I型含量测试装置及尺寸图

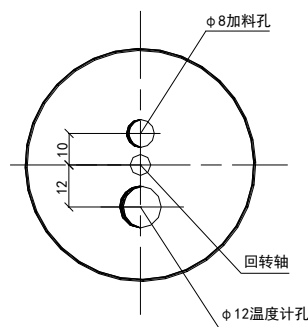


图5 I型含量测试装置俯视图

15.3 测试程序

15.3.1 准备

15.3.1.1 试样制备：将样品充分研细，过筛（15.2.8）。将通过筛孔的样品经 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 1 h，贮存备用。

注：对适量样品的研磨，应使被研磨样品的90%以上通过筛孔，以保证测定结果能够较为真实地反映样品本身。

15.3.1.2 试验前，仪器、试剂、样品都应保持在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

15.3.2 测定

称取试样（15.3.1.1） $50\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 于双层中空玻璃容器（15.2.2）中，装好搅拌装置（15.2.1），搅拌下用注射器加入 $50\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 甘油（15.1.1），同时开动秒表计时。用电子恒速搅拌器（15.2.4）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（15.2.3）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 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 。

15.4 结果计算

三聚磷酸钠中 I 型含量 (Q) 的质量分数 (%) 按式 (17) 计算：

$$Q=4(T_m-T_0-6) \dots\dots\dots (17)$$

式中：

Q ——试样中 I 型含量，单位为质量分数 (%)；

T_m ——料浆温度上升的最高值，单位为摄氏度 (°C)；

T_0 ——料浆初始温度，单位为摄氏度 (°C)。

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。

15.5 精密度

温升值 (T_r) 低于 10 °C 时，平行测定允许误差 ± 0.5 °C。

温升值 (T_r) 高于 10 °C 时，平行测定允许误差 ± 1 °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文件规定。

16 试验结果报告要求

试验结果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；
- f) 其它需要说明的事项。

附 录 A
(资料性附录)
本文件采用 ISO 标准的信息

A.1 本文件章条与有关的ISO标准对应信息

本文件中第6章为修改采用ISO 3357:1975《工业用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》。

A.2 本文件第6章与ISO 3357:1975 对比

本文件第6章与ISO 3357:1975两者间具体技术性差异及其原因见表A.1。

表 A.1 本文件第 6 章与 ISO 3357:1975 技术性差异及其原因

文件章条编号	本文件第6章内容	ISO章条编号	ISO 3357:1979 内容	原因
6.4.3.1	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
6.4.3.2	先加8 mL硝酸煮沸40 min，水解试验份。趁热加入50mL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
6.4.3.3	在180℃ ± 2℃干燥过滤坩埚及沉淀45min。	5.3.3	在250℃ ± 10℃干燥过滤坩埚及沉淀15 min。	选用在180℃ ± 2℃ 45 min干燥沉淀已能等效的达到恒重
6.6	精密度	—	无	使标准更科学严密