

本标准已于 2021 年 07 月 12 日在上海市市场监督管理局登记，登记号 T/312057310104C7302021

ICS 号： 71.060.50

中国标准文献分类号： G12

团 体 标 准

T/SHXCL0007-2021

特种光学材料用偏磷酸盐

The metaphosphates for special optical material

2021-04-22 发布

2021-06-15 实施

上海市新材料协会 发布



21042311246193

前言

本文件按 GB/T1.1-2020《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。

本文件由上海市新材料协会提出并组织实施。

本文件由上海市新材料协会标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：上海太洋科技有限公司、湖北新华光信息材料有限公司、中国科学院强激光材料重点实验室、上海硅酸盐研究所中试基地、中国科学院上海硅酸盐研究所、上海和利稀土集团有限公司。

本文件首批执行单位：上海太洋科技有限公司、湖北新华光信息材料有限公司、中国科学院强激光材料重点实验室、上海硅酸盐研究所中试基地、中国科学院上海硅酸盐研究所、上海和利稀土集团有限公司。

本文件起草人：秦明升、姜朋飞、徐小峰、程龙、姚素芳、伍松、张金平、杜俊杰、夏维广、何学华、许佩琪、姜益光、崔素杰、陈俊锋、杜勇、薛振海、夏金峰、沈明吉。

本文件于 2021 年 4 月 22 日首次发布。

特种光学材料用偏磷酸盐

1 范围

本文件规定了特种光学材料用偏磷酸盐（以下简称偏磷酸盐）的分类、要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本文件适用于偏磷酸锂、偏磷酸钠、偏磷酸钾、偏磷酸钡、偏磷酸铝。

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 6678-2003 化工产品采样总则

GB/T 6682-2016 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170-2016 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3696.2-2018 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 3696.3-2018 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

HG/T4510-2013 工业磷酸氢二钾

HG/T4830-2015 高纯工业品偏磷酸铝

YS/T 581.2-2006 氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法第 2 部分：烧减量的测定

YS/T509.1-2008 锂辉石、锂云母精矿化学分析方法氧化锂、氧化钠、氧化钾量的测定火焰原子吸收光谱法

3 分子式和相对分子质量

偏磷酸盐分子式和相对分子质量如表 1 所示，其中，相对分子质量按 2014 年国际相对原子质量。

表1偏磷酸盐分子式和相对分子质量

偏磷酸盐	分子式	相对分子质量
偏磷酸锂	LiPO_3	85.91
偏磷酸钠	NaPO_3	101.96
偏磷酸钾	KPO_3	109.07
偏磷酸钡	$\text{Ba}(\text{PO}_3)_2$	295.27
偏磷酸铝	$\text{Al}(\text{PO}_3)_3$	263.89

4 分类

按照用途不同，偏磷酸盐可分为：

- a) I级——用于激光光纤或光通讯光纤玻璃；
- b) II级——用于高功率激光玻璃；
- c) III级——用于其他特种光学玻璃。

5 要求

偏磷酸盐性能要求应符合表 2 要求。

表2偏磷酸盐性能要求

项目	指标														
	LiPO ₃			NaPO ₃			KPO ₃			Ba(PO ₃) ₂			Al(PO ₃) ₃		
	I	II	III	I	II	III	I	II	III	I	II	III	I	II	III
外观	白色粉末														
Li ₂ O (ω%)	17.5±0.5			—			—			—			—		
Na ₂ O (ω%)	—			30±0.5			—			—			—		
K ₂ O (ω%)	—			—			40±0.5			—			—		
BaO (ω%)	—			—			—			52±1			—		
Al ₂ O ₃ (ω%)	—			—			—			—			19±0.5		
P ₂ O ₅ (ω%)	82.5±1			70±1			60±1			48±0.5			81±1		
Fe (mg/kg)	<1	<2	<10	<1	<2	<10	<1	<2	<10	<1	<2	<10	<1	<2	<10
Cu (mg/kg)	0.1														
Ni (mg/kg)	<1														
Co (mg/kg)	<1														
Mn (mg/kg)	<1														
Cr (mg/kg)	<1														
Pb (mg/kg)	<1														
Zn (mg/kg)	<1														
烧减量(ω%)	≤0.5														

6 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎，应做好防护措施，须佩戴合适防护用品如手套口罩等，应在通风橱内进行！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

6.1 总体要求

本文件所用试剂与水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T6682-2016 规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在未注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2-2018、HG/T 3696.3-2018 的规定制备。试验方法中的样品均预先于 105℃ ±2℃ 下干燥至恒重。

6.2 外观

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.3 偏磷酸盐组分含量

6.3.1 氧化锂 (Li_2O) 含量

按YS/T509.1-2008中的规定测定偏磷酸锂中锂含量，然后转换成氧化锂含量。

6.3.2 氧化钠 (Na_2O) 含量

按 YS/T509.1-2008 中的规定测定偏磷酸钠中钠含量，然后转换成氧化钠含量。

6.3.3 氧化钾 (K_2O) 含量

按 HG/T4510-2013 中 5.5 规定测定偏磷酸钾中钾含量，然后转换成氧化钾含量。

6.3.4 氧化钡 (BaO) 含量

按附录 A 规定测定。

6.3.5 氧化铝 (Al_2O_3) 含量

按附录 B 规定测定。

6.3.6 五氧化二磷 (P_2O_5) 含量

按 HG/T4510-2013 中 5.4.1 规定进行，其中偏磷酸盐以高氯酸溶解。

6.4 微量金属元素 (Fe、Cu、Ni、Co、Mn、Cr、Pb、Zn) 含量

按 HG/T 4830-2015 中的 6.5 的规定进行。

6.5 烧减量

按YS/T 581.2-2006规定测定，其中，采用500℃炉温灼烧。

7 检验规则

7.1 出厂检验

出厂检验项目为本文件表 2 中规定的性能要求。

7.2 组批

检验以批为单位，以相同材料、相同生产条件、连续生产或同一班组生产的产品为一批，每批产品不超过2吨。

7.3 抽样

按 GB/T 6678-2003 的规定确定采样单元数，在洁净环境中，打开包装袋，使用专用的采样器自包装袋的上方斜插入料层深度的 3/4 处采样。将所采样品混匀，用四分法缩分至不少于 500g。立即将样品

分装于两个清洁、干燥的容器中密封，并按要求在容器外部粘贴标签，注明厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验，另一份保存备查。

7.4判定与复验规则

采用 GB/T8170-2016 规定修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。检验结果如果有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样复验，复验结果当有一项指标不符合本文件表 2 要求时，则整批产品视为不合格。

8标志、包装、运输、贮存

8.1标志

8.1.1 包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号（或生产日期）、本文件编号以及 GB/T 191-2008 规定的“怕雨”标志。

8.1.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号（或生产日期）、检验报告和本文件编号。

8.2包装

产品应采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋（厚度不小于0.6mm），袋口用尼龙绳扎紧或应严密封口；外包装采用复合塑料编织袋或包装桶，外包装袋应牢固缝合，外包装桶应完全密封。包装方式和净含量按照与客户协商的方式确定。

8.3运输

产品在运输过程中应有遮盖，防止日晒、雨淋，包装不应破损。

8.4贮存

8.4.1 产品应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内，防止日晒、雨淋。

8.4.2 在符合 8.4.1 贮运条件下，自生产之日起，产品保质期三年。

附录A

(规范性)

偏磷酸钡中氧化钡含量测试方法

A.1 方法提要

偏磷酸钡中钡含量通过加入的硫酸根与钡离子形成硫酸钡沉淀，称重沉淀质量计算氧化钡含量。

A.2 仪器、设备与器皿

A.2.1 分析天平：精确到 0.0001g。

A.2.2 抽滤机，配套材料。

A.2.3 水浴锅：精度， $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

A.2.4 马弗炉：RT~1200 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.2.5 电热板：可控温，RT~300 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.2.6 干燥皿：常规， ϕ 400mm。

A.2.7 瓷坩埚：50mL。

A.3 试剂

A.3.1 浓硫酸：95.0%~98.0%，优级纯。

A.3.2 高氯酸：70.0%~72.0%，优级纯。

A.4 试验步骤

A.4.1 称取 0.4g 样品(精确至 0.1mg)，记录该质量为 m_0 。将样品转移入 250mL 烧杯中，用少量纯净水湿润样品，向烧杯中加入 5mL 高氯酸，将烧杯置于电热板上于 120 $^{\circ}\text{C}$ 加热溶解。

A.4.2 取一个 100mL 烧杯，移入 75mL 纯净水、10mL 硫酸溶液，加热至近沸。趁热将此硫酸溶液逐滴加入 A.4.1 样品溶液中，室温陈化 12 小时或 100 $^{\circ}\text{C}$ 水浴陈化 1 小时。然后将陈化后溶液用抽滤机抽滤（慢速定量滤纸），用纯净水洗涤沉淀物 3 次。

A.4.3 取坩埚置于马弗炉中升温至 800 $^{\circ}\text{C}$ 后烧灼 1 小时，稍冷后置于干燥皿中冷却室温称重，重复上述过程，直至相邻两次称重结果差小于 1mg 为止，记录最后一次称重结果为 m_1 ；然后将附着沉淀物的滤纸置于恒重后的坩埚中，盖好盖子，放在电热板上炭化，炭化过程中确保滤纸不起火燃烧，冷却至室温。然后将该坩埚置于马弗炉中，小心将坩埚盖移开一条缝隙，将马弗炉升温至 800 $^{\circ}\text{C}$ (升温速率：20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$)，保温 2h，冷却至室温后取出坩埚称重，再次将坩埚置于马弗炉中重复上述过程，直至相邻两次称重结果差小于 1mg 为止，记录最后一次称重结果为 m_2 。

A.5 结果处理

氧化钡含量按下式计算：

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.657}{m_0 \times (1 - \omega)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中：

X ——氧化钡含量，%；

m_1 ——坩埚恒重，g；

m_2 ——含沉淀物坩埚恒重，g；

0.657——硫酸钡换算成氧化钡的系数；

m_0 ——样品质量，g；

ω ——烧减量，%。

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%。



附录 B (规范性)

偏磷酸铝中氧化铝含量测试方法

B.1 方法提要

测定时,先加入 EDTA, EDTA 会与 Al^{3+} 络合, 然后调整 pH 值为 5.5~6.0, 加入二甲酚橙指示剂, 以锌标准溶液滴定过量的 EDTA。通过锌标准溶液使用量计算出铝的含量, 再推算出氧化铝含量。

B.2 仪器与器皿

- B.2.1 分析天平:精确到 0.0001g。
- B.2.2 电热板:可控温, RT~300℃。
- B.2.3 马弗炉:RT~1200℃。
- B.2.4 滴定管:酸式滴定管。
- B.2.5 铂金坩埚:50mL。

B.3 试剂

- B.3.1 氢氧化钠:分析纯。
- B.3.2 EDTA 标准滴定溶液(0.05mol/L):称取 9.305g±1mg 的 EDTA (分析纯)置入烧杯,用纯净水溶解后转移至 500mL 容量瓶,用纯净水定容。
- B.3.3 浓氨水(优级纯)。
- B.3.4 乙酸-乙酸铵缓冲溶液:称取 200g 乙酸铵(分析纯)于 500mL 容量瓶中,再向其中移入 10mL 冰乙酸(分析纯),用纯净水完全溶解,完全转移至 1000mL 容量瓶,用纯净水定容至刻度摇匀。
- B.3.5 二甲酚橙指示剂溶液(1g/L):取 0.1g 二甲酚橙溶解于 100mL 纯净水中。
- B.3.6 锌标准滴定溶液(0.05mol/L):取 3.269g±1mg 锌粒,在加热状态下溶解在 200mL 纯净水及 15mL 浓硝酸中,缓慢蒸发至 10mL-20mL,取下,冷却后用纯净水稀释完全转移至 1000mL 容量瓶中定容至刻度。

B.4 试验测定步骤

- B.4.1 称取 1g 样品(精确至 0.1mg),记录该质量为 m_0 。将样品放入铂金坩埚中,加入 2.0g 氢氧化钠和 2mL 纯净水润湿,将坩埚转移至马弗炉中于 750℃ 熔融 15min,取出冷却至室温,向坩埚中加入 30mL 纯净水,电热板上加热溶解后转移至 100mL 容量瓶,用纯净水定容至刻度。
- B.4.2 移取 10mL B.4.1 溶液于 250mL 锥形瓶中,用纯净水稀释至约 100mL,加入 25.00mL EDTA 标准滴定溶液,用氨水调节 pH 值为中性。加入 10mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液,加热煮沸 3min-5min 冷却。冷却至室温后加入 3-4 滴二甲酚橙指示剂溶液,用锌标准滴定溶液滴定至红色为滴定终点。记录使用的锌标准滴定溶液体积 V_1 。同时进行空白试样试验,记录锌标准滴定溶液使用体积 V_2 。

B.5 结果处理

氧化铝含量按下式计算:

$$X = \frac{0.000025 \times (V_2 - V_1) \times (100 \div 10) \times 101.96}{m_0 \times (1 - \omega)} \times 100\% \dots\dots\dots(B.1)$$

式中：

X ——氧化铝含量，%；

101.96—— Al_2O_3 的摩尔质量，g/mol；

V_2 ——空白样标准锌滴定液使用体积，mL；

V_1 ——试样标准锌滴定液使用体积，mL；

m_0 ——样品质量，g；

ω ——烧减量，%。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

参考文献

- [1] HG/T 4499-2013 工业氟化钡
- [2] YS/T 581.4-2006 氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法第4部分：EDTA容量法测定铝含量

