

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5531.1~5531.3—2019

---

草甘膦副产工业盐  
第1部分：氯化钠  
第2部分：粗品焦磷酸钠  
第3部分：磷酸氢二钠  
(2019)

2019-08-02 发布

2020-01-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 5531.1—2019	草甘膦副产工业盐	第 1 部分：氯化钠 .....	( 1 )
HG/T 5531.2—2019	草甘膦副产工业盐	第 2 部分：粗品焦磷酸钠 .....	(13)
HG/T 5531.3—2019	草甘膦副产工业盐	第 3 部分：磷酸氢二钠 .....	(23)

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5531.3—2019

---

### 草甘膦副产工业盐 第3部分：磷酸氢二钠

Glyphosate by-product industrial salt  
Part 3: Disodium hydrogen phosphate

2019-08-02 发布

2020-01-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则编写。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由中国化工环保协会归口。

本部分起草单位：江西金龙化工有限公司、四川省乐山市福华通达农药科技有限公司、湖北泰盛化工有限公司、安徽广信农化股份有限公司。

本部分主要起草人：庄相宁、刘劭农、毛金国、杨国华、周波、胡金凤、黄金祥、罗兰。

## 草甘膦副产工业盐

### 第3部分：磷酸氢二钠

#### 1 范围

本部分规定了草甘膦副产磷酸氢二钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本部分适用于草甘膦母液经湿式氧化、浓缩、结晶、洗涤等工艺生产的磷酸氢二钠。产品主要用于工业磷酸盐系列产品的原料，不得直接或间接用于食品、饲料等领域。

#### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

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

HG/T 2965—2009 工业磷酸氢二钠

#### 3 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：358.14（按2016年国际相对原子质量）

#### 4 要求

##### 4.1 外观

白色或微黄色结晶固体。

##### 4.2 技术指标

草甘膦副产磷酸氢二钠应符合表1的要求。

表 1

项 目		指 标
磷酸氢二钠（以 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 计） $w/\%$	$\geq$	92.0
硫酸盐（以 $\text{SO}_4$ 计） $w/\%$	$\leq$	0.1
氯化物（以 Cl 计） $w/\%$	$\leq$	0.2
铁（Fe） $w/\%$	$\leq$	0.01
水不溶物 $w/\%$	$\leq$	0.05
pH 值（10 g/L 溶液）		9.0±0.2
草甘膦 $w/\%$	$\leq$	0.05
总有机碳（以 C 计） $w/\%$	$\leq$	0.05

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性和腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上，应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

5.2 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603—2002 的规定制备。

5.3 外观检验

自然光下，用目视法进行。

5.4 磷酸氢二钠质量分数的测定

按 HG/T 2965—2009 中 5.4 的规定进行。

5.5 硫酸盐的测定

按 HG/T 2965—2009 中 5.5 的规定进行。

5.6 氯化物的测定

按 HG/T 2965—2009 中 5.6 的规定进行。

5.7 铁的测定

按 HG/T 2965—2009 中 5.9 的规定进行。

5.8 水不溶物的测定

按 HG/T 2965—2009 中 5.10 的规定进行。

## 5.9 pH 值的测定

按 HG/T 2965—2009 中 5.11 的规定进行。

## 5.10 草甘膦的测定

### 5.10.1 方法提要

试样用流动相溶解，以 pH 值 2.0 的磷酸二氢钾水溶液和甲醇为流动相，使用强阴离子交换柱和紫外检测器（200 nm）对试样中的草甘膦进行高效液相色谱分离和测定。

### 5.10.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

磷酸二氢钾；

水：超纯水；

磷酸溶液： $\phi(\text{H}_3\text{PO}_4)=50\%$ ；

草甘膦标样：已知草甘膦质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

### 5.10.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱柱：强阴离子交换柱；

过滤器：滤膜孔径约  $0.45\ \mu\text{m}$ ；

微量进样器： $100\ \mu\text{L}$ ；

定量进样管： $20\ \mu\text{L}$ ；

超声波清洗器。

### 5.10.4 高效液相色谱操作条件

流动相：称取 20 g 磷酸二氢钾，用 850 mL 水溶解，加入 150 mL 甲醇，用磷酸溶液调 pH 值至 2.0，超声波振荡 10 min；

流速： $1.0\ \text{mL}/\text{min}$ ；

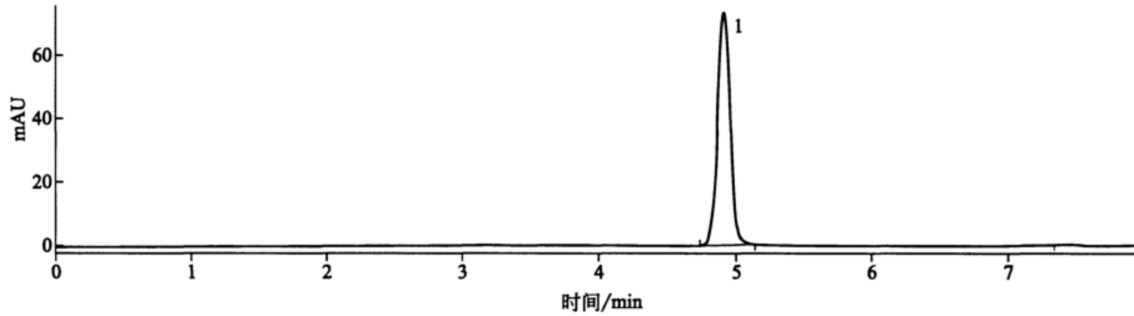
柱温：室温（温差变化应不大于  $2\ ^\circ\text{C}$ ）；

检测波长： $200\ \text{nm}$ ；

进样体积： $10\ \mu\text{L}$ ；

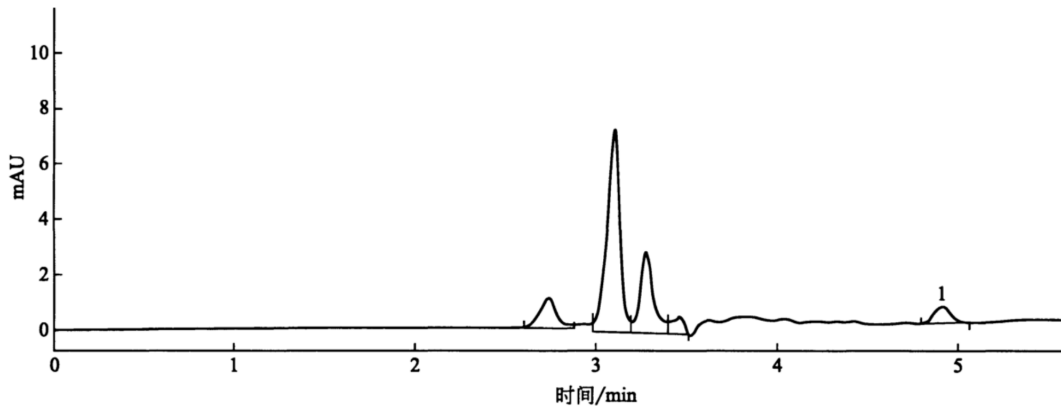
保留时间（典型高效液相色谱图见图 1、图 2）：草甘膦约 4.9 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。



说明：  
1——草甘膦。

图 1 草甘膦标样色谱图



说明：  
1——草甘膦。

图 2 磷酸氢二钠试样中草甘膦色谱图

### 5.10.5 测定步骤

#### 5.10.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 草甘膦标样（精确至 0.000 1 g），置于 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，超声波振荡 10 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀。

#### 5.10.5.2 试样溶液的制备

称取 5 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，超声波振荡 10 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀。

#### 5.10.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针草甘膦峰面积相对变化小于 1.5% 后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

#### 5.10.5.4 计算

试样中草甘膦质量分数按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{m_1 A_2 w}{m_2 A_1} \dots\dots\dots (1)$$

(30)



式中：

$w_1$ ——试样中草甘膦质量分数，以%表示；

$m_1$ ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

$A_2$ ——试样溶液中草甘膦峰面积的平均值；

$w$ ——标样中草甘膦质量分数，以%表示；

$m_2$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

$A_1$ ——标样溶液中草甘膦峰面积的平均值。

#### 5.10.5.5 允许差

草甘膦质量分数两次平行测定结果的相对偏差不应大于20%，取其算术平均值为测定结果。

### 5.11 总有机碳的测定

#### 5.11.1 试剂和材料

无二氧化碳水：按 GB/T 603—2002 中 4.1.1.1 制备。

有机碳标准贮备液： $\rho(\text{有机碳, C})=1\,000\text{ mg/L}$ 。准确称取 2.125 5 g 邻苯二甲酸氢钾（预先在 110℃~120℃ 下干燥至恒重），置于烧杯中，加无二氧化碳水溶解后，转移至 1 000 mL 容量瓶中，用无二氧化碳水稀释至标线，混匀。在 4℃ 条件下可保存 2 个月。

有机碳标准使用液： $\rho(\text{有机碳, C})=50\text{ mg/L}$ 。用单标线吸量管吸取 50.00 mL 有机碳标准贮备液于 1 000 mL 容量瓶中，用无二氧化碳水稀释至刻度，混匀。在 4℃ 条件下可保存 1 周。

#### 5.11.2 仪器和设备

总有机碳分析仪；

一般实验室常用仪器。

#### 5.11.3 总有机碳分析仪操作条件

按总有机碳分析仪使用条件。

#### 5.11.4 测定步骤

##### 5.11.4.1 校准曲线的绘制

用有机碳标准使用液不同体积（50  $\mu\text{L}$ ，100  $\mu\text{L}$ ，200  $\mu\text{L}$ ，300  $\mu\text{L}$ ，400  $\mu\text{L}$ ，500  $\mu\text{L}$ ）分别进样，测定其响应值。以不同进样量体积的总有机碳为横坐标、对应响应值为纵坐标，绘制总有机碳校准曲线。

##### 5.11.4.2 空白试验

用无二氧化碳水代替试样进样测定其响应值。

##### 5.11.4.3 样品测定

称取约 20 g 样品（精确至 0.1 g），置于 250 mL 容量瓶中，采用无二氧化碳水定容至 250 mL（或根据实际情况决定定容体积  $V_1$ ），摇匀，超声 10 min 后直接进样。

##### 5.11.4.4 结果计算

试样中总有机碳质量分数按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1}{m(V/V_1)} \times 10^{-1} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$w_2$ ——试样中总有机碳质量分数，以%表示；

$m_1$ ——测定试样响应值所对应的总有机碳的质量的数值，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

$V$ ——测定试样总有机碳时进样的体积的数值，单位为微升（ $\mu\text{L}$ ）；

$V_1$ ——样品稀释定容的体积的数值，单位为毫升（mL）。

#### 5.11.4.5 允许差

总有机碳质量分数两次平行测定结果的相对偏差不应大于30%，取其算术平均值为测定结果。

### 6 检验规则

#### 6.1 检验

本部分规定的检验项目全部为型式检验项目，其中外观、磷酸氢二钠、氯化物、pH值为出厂检验项目，其余为型式检验项目中的抽检项目。

正常生产情况下，每6个月至少进行一次型式检验。

产品在下列情况之一时应进行型式检验：

- a) 新产品投产时；
- b) 原料、设计或工艺条件改变时；
- c) 产品停产后，恢复生产时；
- d) 国家有关部门要求时；
- e) 合同规定。

#### 6.2 组批

生产企业用相同材料、相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的磷酸氢二钠为一批。

#### 6.3 抽样

按GB/T 6678的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的3/4处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于500 g。

#### 6.4 判定规则

6.4.1 生产厂应保证所有出厂的产品都符合本部分要求。

6.4.2 检验结果如有指标不符合本部分要求，应重新自两倍量的包装袋中采样进行复检，复检结果有一项指标不符合本部分要求，则整批产品为不合格品。

6.4.3 采用GB/T 8170规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本部分。

### 7 标志、包装、运输、贮存

7.1 磷酸氢二钠包装袋上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本部分编号及GB/T 191规定的“怕雨”标志。标注“不得食用”。

7.2 产品采用内衬聚乙烯薄膜的双层袋作为包装；外包装为塑料编织袋；内袋热合或人工扎口；外袋应牢固缝合。也可采用供需双方商定的包装方式和规格。

7.3 产品在运输过程中严防雨淋、日晒。

7.4 产品应贮存于阴凉、干燥处。

---

中华人民共和国  
化工行业标准  
草甘膦副产工业盐  
第1部分：氯化钠  
第2部分：粗品焦磷酸钠  
第3部分：磷酸氢二钠  
(2019)

HG/T 5531.1~5531.3—2019

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司顺义区数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张2½ 字数54千字

2019年10月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2634

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：36.00元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年12月11日

