

ICS 71.060.50
G 12
备案号:41829—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4511—2013

工业磷酸二氢钾

Potassium dihydrogen phosphate for industrial use

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 HG/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：浙江新化化工股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、成都化工股份有限公司、云南云天化国际化工股份有限公司、中化云龙有限公司。

本标准主要起草人：邵卫平、李光明、汪琦、张应虎、罗显明、包江峰、李周、马先林。

工业磷酸二氢钾

1 范围

本标准规定了工业磷酸二氢钾的要求,试验方法,检验规则以及标志、标签,包装、运输和贮存。
本标准适用于工业磷酸二氢钾。该产品用于医药中间体、缓冲剂、培养剂等原料。

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,仅所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 2008 包装储运图示标志
GB/T 3049 2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法
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
GB/T 23947.2 2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第2部分:砷斑法
HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备
HG/T 3696.2 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 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

3 分子式和相对分子质量

分子式:KH₂PO₄
相对分子质量:136.08(按2011年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观:白色、浅色结晶或粉末。
- 4.2 工业磷酸二氢钾按本标准规定的试验方法检测应符合表1的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
磷酸二氢钾(KH ₂ PO ₄)(以干基计)w/%	≥ 99.0	98.0	97.0
氧化钾(K ₂ O)(以干基计)w/%	≥ 34.0	33.5	33.0
水分 w/%	≤ 0.5	1.0	2.0
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤ 0.05	0.2	
铁(Fe)w/%	≤ 0.003	0.008	
砷(As)w/%	≤ 0.005	0.015	
重金属(以 Pb 计)w/%	≤ 0.005	0.008	
水不溶物 w/%	≤ 0.1	0.2	0.5
pH(30 g/L 溶液)	4.3~4.7		

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或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用挥发性有机试剂时应在通风橱中进行,并防止与明火接触。

5.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观判别

在自然光条件下,用目视法进行判别。

5.4 磷酸二氢钾含量的测定

5.4.1 磷钼酸喹啉重量法(仲裁法)

5.4.1.1 方法提要

在酸性介质中,磷酸根与喹钼柠酮形成沉淀,经过滤,干燥,称量,计算出磷酸二氢钾含量。

5.4.1.2 试剂

5.4.1.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.4.1.2.2 喹钼柠酮溶液。

5.4.1.3 仪器、设备

5.4.1.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm。

5.4.1.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105℃±2℃和 180℃±5℃。

5.4.1.4 分析步骤

5.4.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 1.0 g 预先在 105℃±2℃下干燥 2 h 的试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 水溶解试样,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.1.4.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,加水至约 100 mL,盖上表面皿,加热至微沸,冷却至约 75℃,加入 50 mL 喹钼柠酮溶液(在加入试剂和加热过程中不应使用

明火,不应搅拌,以免结块)。冷却至室温,在冷却过程中搅拌3次~4次,用预先在 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤。先将上层清液过滤,用倾析法洗涤沉淀6次,每次用水约30 mL。将沉淀转移至玻璃砂坩埚中,继续用水洗涤沉淀4次。将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电热恒温干燥箱中,于 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥45 min。取出稍冷,置于干燥器中冷却至室温,称量。

同时做空白试验。除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的完全相同,并与试样同时进行、同样处理。

5.4.1.5 结果计算

磷酸二氢钾含量以磷酸二氢钾(KH_2PO_4)质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.0615}{m \times 10/250} \times 100\% \quad \text{..... (1)}$$

式中:

m_1 试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);

m_2 空白试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);

m 试料质量的数值,单位为克(g);

0.0615 磷钼酸喹啉换算成磷酸二氢钾的系数。

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%。

5.4.2 容量法

5.4.2.1 方法提要

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试验溶液,用酸度计指示终点,计算磷酸二氢钾含量。

5.4.2.2 试剂

5.4.2.2.1 氯化钠。

5.4.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) \approx 1\text{ mol/L}$ 。

5.4.2.3 仪器、设备

5.4.2.3.1 酸度计:配有玻璃电极和饱和甘汞电极(或复合电极),分度值为0.02 pH单位。

5.4.2.3.2 电磁搅拌器:配有搅拌转子。

5.4.2.4 分析步骤

称取约3 g预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥2 h的试样,精确到0.000 2 g,置于250 mL烧杯中,加80 mL水溶解试样,加5 g氯化钠,置于电磁搅拌器上,放入搅拌转子,搅拌至完全溶解。将已校准酸度计的电极放入试验溶液中,用酸度计指示终点,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试验溶液pH为9.1即为终点。

同时做空白试验。除不加试样外,其他加入的试剂量(标准滴定溶液除外)与试验溶液的完全相同,并与试样同时进行、同样处理。

5.4.2.5 结果计算

磷酸二氢钾含量以磷酸二氢钾(KH_2PO_4)的质量分数 w_1 计,按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_1)/1\,000]cM}{m} \times 100\% \quad \text{..... (2)}$$

式中:

V 滴定试验溶液时消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 滴定空白试验溶液时消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m 试料质量的数值,单位为克(g);

M 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=136.1$)。

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%。

5.5 氧化钾含量的测定

5.5.1 方法提要

在弱碱性介质中,以四苯硼钠溶液沉淀试样中的钾离子。为了防止铵离子和其他阳离子干扰,预先加入适量的甲醛溶液及乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA)使铵离子与甲醛反应生成六亚甲基四胺,其他阳离子与乙二胺四乙酸二钠络合。沉淀经过滤、干燥、称量,计算氧化钾含量。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 甲醛溶液:37%(m/m)。

5.5.2.2 四苯硼钠溶液:15 g/L。

称取 15 g 四苯硼钠,溶解于约 960 mL 水中,加 4 mL 氢氧化钠溶液(5.5.2.5)和 20 mL 六水氯化镁溶液(100 g/L),搅拌 15 min,静置后用滤纸过滤。该溶液贮存在棕色瓶或塑料瓶中,使用期不超过 30 d。如发现浑浊,使用前应过滤。

5.5.2.3 四苯硼钠洗涤液:1.5 g/L,用四苯硼钠溶液(5.5.2.2)稀释 10 倍制备。

5.5.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:40 g/L。

5.5.2.5 氢氧化钠溶液:400 g/L。

5.5.2.6 酚酞指示液:10 g/L。

5.5.3 仪器、设备

5.5.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm。

5.5.3.2 电热恒温干燥箱:能控制温度在 120 °C ± 5 °C。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 试验溶液的制备

称取约 1.2 g 预先在 105 °C ± 2 °C 下干燥 2 h 的试样,精确到 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加约 150 mL 水,加热煮沸 30 min,冷却,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时进行、同样处理。

5.5.4.3 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液和空白试验溶液,分别置入 250 mL 烧杯中,加 20 mL EDTA 溶液(含阳离子较多时可加 40 mL),加 2 滴酚酞指示液,滴加氢氧化钠溶液至溶液刚出现红色,再过量 1 mL。加 0.15 mL 甲醛溶液,若红色消失,用氢氧化钠溶液调至红色。在通风橱内加热煮沸 15 min,冷却,若红色消失,再用氢氧化钠溶液调至红色。

在不断搅拌下,将四苯硼钠溶液逐滴加入试验溶液中(加入量为每含 1 mg 氧化钾加四苯硼钠溶液 0.5 mL,并过量约 7 mL),继续搅拌 1 min,静置 15 min,用倾泻法将沉淀转移至已预先于 120 °C ± 5 °C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚内,用四苯硼钠洗涤液洗涤沉淀和烧杯 5 次~7 次,每次用量约 5 mL(总量不超过 40 mL)。再用水洗涤沉淀 2 次,每次用量约 5 mL。将盛有沉淀的玻璃砂坩埚置于 120 °C ± 5 °C 电热恒温干燥箱中干燥 1.5 h,取出放入干燥器内冷却至室温,称量。

5.5.5 结果计算

氧化钾含量以氧化钾(K₂O)的质量分数 w_2 计,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{[(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)] \times 0.1314}{m \times 25/250} \times 100 \% \quad \dots\dots (3)$$

式中:

m_1 玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 沉淀和玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_3 空白试验用玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_4 空白试验中过滤后玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m 试料质量的数值,单位为克(g);

0.1314 四苯硼钾换算为氧化钾的系数。

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 0.4 %。

5.6 水分的测定

5.6.1 方法提要

在一定温度下,将试样置于电热恒温干燥箱中烘干,以试样减少的质量计算出水分。

5.6.2 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.001 g,置于预先在 105 °C ± 2 °C 下烘干至质量恒定的称量瓶中,将称量瓶置于 105 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中干燥 2 h,取出置于干燥器中冷却至室温,称量。

5.6.3 结果计算

水分以质量分数 w_3 计,按公式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 干燥后试料质量的数值,单位为克(g);

m 试料质量的数值,单位为克(g)。

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 0.01 %。

5.7 氯化物含量的测定

5.7.1 方法提要

在酸性介质中,试验溶液中的氯化物与硝酸银作用,生成难溶的氯化银,当氯离子含量较低时,在一定时间内氯化银呈悬浮状,与氯化物标准比浊溶液比较,确定试样中氯化物含量。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 硝酸溶液:1+6。

5.7.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

5.7.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.010 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5.7.3 分析步骤

5.7.3.1 试验溶液的制备

称取 1.000 g ± 0.002 g 试样,置于烧杯中,加 50 mL 水溶解试样,加 10 mL 硝酸溶液,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。当溶液浑浊时,进行干过滤。

5.7.3.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液(优等品)或 2.5 mL 试验溶液(一等品),置于 50 mL 比色管中,加 1 mL 硝酸银溶液。用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min 后,试验溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取 5 mL 氯化物标准溶液,与试验溶液同时、同样处理。

5.8 铁含量的测定

5.8.1 方法提要

同 GB/T 3049 2006 第 3 章。

5.8.2 试剂和材料

同 GB/T 3049 2006 第 4 章。

5.8.3 仪器

同 GB/T 3049 2006 第 5 章。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确到 0.001 g,置于 50 mL 烧杯中,用适量水溶解,转移至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。当溶液浑浊时,进行干过滤。

5.8.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时进行、同样处理。

5.8.4.3 工作曲线的绘制

用移液管分别取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铁标准溶液(相当于铁含量 0 mg、0.010 mg、0.020 mg、0.040 mg、0.060 mg、0.080 mg),置于 6 个 100 mL 容量瓶中。选用 5 cm 比色皿,以下操作按 GB/T 3049—2006 的规定,从 6.3.2 开始至 6.3.4 为止进行。

5.8.4.4 测定

用移液管移取 10 mL(优等品)或 5 mL(一等品)试验溶液和空白试验溶液,分别置于 100 mL 烧杯中,以下操作按 GB/T 3049—2006 的 6.4,从“有必要,加水至 60 mL……”开始操作。以水调零,测量试验溶液和空白试验溶液的吸光度。从工作曲线上查得试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

5.8.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_1 计,按公式(5)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m \times 10/50} \times 100 \% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m 试料质量的数值,单位为克(g)。

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 0.003 %。

5.9 砷含量的测定

称取 $0.100 \text{ g} \pm 0.002 \text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸溶液(1+1)溶解,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 20 mL(优等品)或 6.6 mL(一等品)试验溶液,加入 40 mL 水,以下按 GB/T 23947.2—2009 的 8.2 操作,试验溶液所产生的砷斑颜色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 1 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg]与试验溶液同时、同样处理。

5.10 重金属含量的测定

5.10.1 方法提要

重金属离子与硫离子在弱酸介质($\text{pH} \approx 3 \sim 4$)中生成有色硫化物沉淀。重金属元素含量较低时,形成稳定的棕褐色悬浮液,用目视比色法测定。

5.10.2 试剂

5.10.2.1 冰乙酸溶液:1+2。

5.10.2.2 饱和硫化氢水溶液:该溶液现用现配。

5.10.2.3 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.010 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5.10.3 分析步骤

5.10.3.1 试验溶液的制备

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水溶解试样,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.10.3.2 测定

用移液管移取 20 mL(优等品)或 12.5 mL(一等品)试验溶液,置于 50 mL 比色管中,加入 0.5 mL 冰乙酸溶液,加水至约 30 mL,加入 10 mL 饱和硫化氢水溶液,用水稀释至刻度,摇匀。于暗处放置 10 min,试验溶液产生的棕褐色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 2 mL 铅标准溶液,与试验溶液同时、同样处理。

5.11 水不溶物含量的测定

5.11.1 方法提要

用水溶解试样,经玻璃砂坩埚抽滤、洗涤、干燥、称量,计算水不溶物含量。

5.11.2 仪器、设备

5.11.2.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm。

5.11.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105℃±2℃。

5.11.3 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确到 0.001 g,置于 400 mL 烧杯中,加 100 mL 80℃的水溶解,用预先在 105℃±2℃下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚趁热抽滤,以水洗涤烧杯及玻璃砂坩埚 6 次~8 次,将玻璃砂坩埚与水不溶物置于 105℃±2℃电热恒温干燥箱内干燥至质量恒定。

5.11.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_5 计,按公式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- m_1 水不溶物和玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m_2 玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m 试料质量的数值,单位克(g)。

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 0.05 %。

5.12 pH 的测定

称取 3.00 g±0.01 g 试样,置于 150 mL 烧杯中,加 100 mL 无二氧化碳的水,搅拌至试样溶解。用已校正过的酸度计进行测定。

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 0.2。

6 检验规则

- 6.1 本标准要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。
- 6.2 生产企业用相同材料,在基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的工业磷酸二氢钾为一批。每批产品不超过 100 t。
- 6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方插入至料层深度的3/4处采样。将所采样品摇匀,用四分法缩分至约 500 g,立即分装入两个干燥、清洁的广口瓶(或塑料袋)中,密封,瓶(袋)上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶(袋)用于检验,另一瓶(袋)保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。
- 6.4 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。
- 6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 工业磷酸二氢钾包装袋上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、等级、净含

量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB/T 191—2008 所规定的“怕晒”和“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业磷酸二氢钾都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业磷酸二氢钾采用双层包装,内包装为聚乙烯塑料袋,外包装为塑料编织袋。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。如需特殊包装,供需双方协商。

8.2 工业磷酸二氢钾的包装,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳两层分别扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋用维尼龙绳线或其他质量相当的线缝口。

8.3 工业磷酸二氢钾在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋和日晒。

8.4 工业磷酸二氢钾应贮存于阴凉、干燥处,防止雨淋和日晒。

中华人民共和国

化工行业标准

工业磷酸二氢钾

HG/T 4511-2013

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 1/4 字数18千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1308

购书咨询:010-64538888

售后服务:010-64538899

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:12.00元

版权所有 违者必究