

ICS 71.040.30
G 62
备案号:37890—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3466—2012

代替 HG/T 3466—1999

化 学 试 剂 磷酸二氢铵

Chemical reagent—
Ammonium dihydrogen phosphate

2012-11-07 发布

2013-03-01 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 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3466—1999《化学试剂 磷酸二氢铵》，与 HG/T 3466—1999 相比主要变化如下：

- 增加了优级纯级别(见第 4 章)；
- 澄清度试验的规格由“合格”调整为“2 号”、“3 号”、“5 号”(见第 4 章,1999 年版的第 4 章)；
- 钾分析纯规格由“0.005 %”提高到“0.003 %”(见第 4 章,1999 年版的第 4 章)；
- 砷分析纯规格由“0.000 5 %”提高到“0.000 2 %”(见第 4 章,1999 年版的第 4 章)；
- 调整了钾测定中化学纯的取样量(见 5.11.2,1999 年版的 5.9)；
- 重金属的测定增加了硫化钠-丙三醇比色法(见 5.14,1999 年版的 5.12)。

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化学试剂分会(SAC/TC63/SC3)归口。

本标准起草单位：北京益利精细化学品有限公司。

本标准主要起草人：赵玉峰、毕永萍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 3466—1977、HG/T 3466—1984、HG/T 3466—1999。

化学试剂 磷酸二氢铵

分子式： $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$
相对分子质量：115.02(根据 2007 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂磷酸二氢铵的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。
本标准适用于化学试剂磷酸二氢铵的检验。

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 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 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
- GB/T 9735 化学试剂 重金属测定通用方法
- GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法
- GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法
- GB 15346 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3484 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准
- HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为无色结晶,溶于水。

4 规格

磷酸二氢铵的规格见表 1。

表 1 磷酸二氢铵的规格

名 称	优级纯	分析纯	化学纯
含量(NH ₄ H ₂ PO ₄) w/%	≥99.5	≥99.0	≥98.5
pH 值(50 g/L, 25 ℃)	4.0~4.5	4.0~4.5	4.0~4.5
澄清度试验/号	≤2	≤3	≤5
水不溶物 w/%	≤0.005	≤0.005	≤0.01
氯化物(Cl) w/%	≤0.000 3	≤0.000 5	≤0.001
硫化合物(以 SO ₄ ²⁻ 计) w/%	≤0.005	≤0.005	≤0.01
硝酸盐(以 NO ₃ ⁻ 计) w/%	≤0.000 5	≤0.001	≤0.002
钠(Na) w/%	≤0.005	≤0.005	≤0.01
钾(K) w/%	≤0.003	≤0.003	≤0.01
铁(Fe) w/%	≤0.000 5	≤0.001	≤0.003
砷(As) w/%	≤0.000 2	≤0.000 2	≤0.002
重金属(以 Pb 计) w/%	≤0.000 5	≤0.000 5	≤0.001

5 试验

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,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的的安全和健康措施。

5.2 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 含量

称取 1.5 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于 50 mL 无二氧化碳的水中,加 20 mL 新制备的甲醛溶液(1+1),摇匀,放置 30 min,用校准过的酸度计(精度 pH 为 0.02),以玻璃电极为指示电极,饱和甘汞电极(或复合电极)为参比电极,用氢氧化钠标准滴定溶液[*c*(NaOH)=1 mol/L]滴定至 pH 值 8.9 为终点。同时做空白试验。

磷酸二氢铵的质量分数 *w*,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w \frac{(V_1 - V_2) c M}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

*V*₁——氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

*V*₂——空白试验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——磷酸二氢铵摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol){*M*[1/2(NH₄ H₂ PO₄)] = 57.51};

m——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.4 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.5 澄清度试验

称取 20 g 样品,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG/T 3484 中规定的下列澄清度标准(保留此溶液用于水不溶物的测定)。

优级纯:2 号;分析纯:3 号;化学纯:5 号。

5.6 水不溶物

将测定澄清度试验的溶液(5.5),在水浴上保温 1 h 后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.7 氯化物

称取 2 g(优级纯取 4 g)样品,溶于 20 mL 水中后,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物(Cl)标准溶液,与样品同时、同样处理。

优级纯:0.012 mg;分析纯:0.01 mg;化学纯 0.02 mg。

5.8 硫化合物

称取 0.5 g 样品,溶于 20 mL 水中,加 4 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)及 0.5 mL 30%过氧化氢,缓缓煮沸至氨逸尽(体积约剩 10 mL),冷却,用盐酸溶液(20%)中和,稀释至 20 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液(20%)酸化后,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐(SO_4^{2-})标准溶液,与样品同时、同样处理。

优级纯、分析纯:0.025 mg;化学纯:0.050 mg。

5.9 硝酸盐

称取 2 g 样品,溶于 10 mL 水中,加 1 mL 氯化钠溶液(100 g/L)及 1 mL 靛蓝二磺酸钠溶液 [$c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2)=0.001 \text{ mol/L}$],在摇动下于 10 s~15 s 内加 10 mL 硫酸,放置 10 min。溶液所呈蓝色不得浅于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的硝酸盐(NO_3^-)标准溶液,与样品同时、同样处理。

优级纯:0.01 mg;分析纯:0.02 mg;化学纯:0.04 mg。

5.10 钠

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.10.1 仪器条件

光源:钠空心阴极灯。

波长:589.0 nm。

火焰:乙炔-空气。

5.10.2 测定方法

称取 2 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 10 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.11 钾

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.11.1 仪器条件

光源:钾空心阴极灯。

波长:766.5 nm。

火焰:乙炔-空气。

5.11.2 测定方法

称取 10 g(化学纯取 5 g)样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 10 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.12 铁

称取 0.5 g(优级纯取 1 g)样品,溶于 15 mL 水中,用盐酸溶液(15%)调节溶液 pH 值至 2 后,按

GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁(Fe)标准溶液,与样品同时、同样处理。

优级纯、分析纯:0.005 mg;化学纯:0.015 mg。

5.13 砷

称取 2.5 g(化学纯取 0.5 g)样品,溶于 30 mL 水中后,按 GB/T 610—2008 中 4.2 的规定测定。吸收液所呈紫红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的砷(As)标准溶液,与样品同时、同样处理。

优级纯、分析纯:0.005 mg;化学纯:0.010 mg。

5.14 重金属

称取 4 g 样品,溶于水,稀释至 20 mL。取 15 mL 后,按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取剩余的 5 mL 样品溶液及含下列数量的铅(Pb)标准溶液,稀释至 15 mL,与同体积样品溶液同时、同样处理。

优级纯、分析纯:0.01 mg;化学纯:0.02 mg。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存及运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4、5 类。

内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15。

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4。

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
化 学 试 剂
磷 酸 二 氢 铵

HG/T 3466—2012

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 $\frac{1}{2}$ 字数9千字

2013年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1305

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。

版权所有 违者必究