

ICS 71.060.50
G 12
备案号:27349—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2965—2009
代替 HG/T 2965—2000

工业磷酸氢二钠

Disodium hydrogen phosphate for industrial use

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2965—2000《工业磷酸氢二钠》。

本标准与 HG/T 2965—2000 的主要技术差异如下：

——对标准要求中的部分指标进行了适当的调整(2000 年版的 3.2、本版的 4.2)；

——增加了铁含量指标和试验方法。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准主要起草单位：中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：李光明、李霞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 6008—1985；

——HG/T 2965—2000。

工业磷酸氢二钠

1 范围

本标准规定了工业磷酸氢二钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于工业磷酸氢二钠。该产品主要用于化工、造纸、皮革、水处理等工业原料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)
- GB/T 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法
- GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-邻菲啰啉分光光度法(idt ISO 6685 : 1982)
- GB/T 3050—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法(neq ISO 6227 : 1982)
- 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(mod ISO 3696 : 1987)
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备
- HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

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：358.15(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观：白色粉状或颗粒。
- 4.2 工业磷酸氢二钠应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项 目	指 标
磷酸氢二钠(以 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 计) $w/\%$	≥ 97.0
硫酸盐(以 SO_4 计) $w/\%$	≤ 0.7
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$	≤ 0.05
砷(As) $w/\%$	≤ 0.005
氟化物(以 F 计) $w/\%$	≤ 0.05
铁(Fe) $w/\%$	≤ 0.05
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.05
pH 值(10 g/L 溶液)	9.0 ± 0.2

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!如溅到皮肤上,应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

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 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光条件下,用目视法判别。

5.4 磷酸氢二钠含量的测定

5.4.1 方法提要

在酸性介质中,以喹钼柠酮沉淀剂将试验溶液中的磷酸根全部转化成磷钼酸喹啉沉淀,沉淀经过滤、烘干、称量,计算试样中磷酸氢二钠含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.4.2.2 喹钼柠酮溶液。

5.4.3 仪器、设备

5.4.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm。

5.4.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 180 °C±5 °C。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 试验溶液的制备

称取 2.0 g~2.5 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于 100 mL 烧杯中,加少量水溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;使用前干过滤(弃去最初 20 mL 滤液)。

5.4.4.2 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。

5.4.4.3 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液和空白试验溶液,分别置于 400 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸溶液,加水至总体积约 100 mL,加入 50 mL 喹钼柠酮溶液,盖上表面皿,在水浴中加热至烧杯内的物质达到 75 °C±5 °C,保温 30 s(在加入试剂和加热过程中,不得使用明火,不得搅拌,以免凝结成块)。冷却,在冷却过程中搅拌 3 次~4 次,用预先在 180 °C±5 °C 下烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚进行抽滤。先将上层清液过滤,以倾析法用洗瓶冲洗沉淀 6 次,每次用水约 30 mL,最后将沉淀移入玻璃砂坩埚中过滤,再用水洗涤沉淀 4 次,将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电热恒温干燥箱中,从温度稳定开始计时,在 180 °C±5 °C 下干燥 45 min。取出稍冷后,置于干燥器中冷却至室温,称量。

5.4.5 结果计算

磷酸氢二钠含量以十二水合磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1618}{m \times \frac{20}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——空白试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

0.161 8——磷钼酸喹啉换算成十二水合磷酸氢二钠的系数。

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 0.2 %。

5.5 硫酸盐含量的测定

5.5.1 方法提要

试样中的硫酸根在弱酸性介质中与氯化钡反应,生成硫酸钡白色沉淀,将沉淀通过玻璃砂坩埚过滤,在电烘箱中烘至质量恒定,称量。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.5.2.2 氯化钡溶液:250 g/L。

5.5.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

5.5.2.4 甲基橙指示液:1 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:温度能控制在 180 $^{\circ}\text{C}$ \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 试验溶液的制备

称取约 25 g 试样,精确到 0.01 g。用少量水溶解,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,必要时干过滤。此溶液作为试验溶液 A,用于硫酸盐、氯化物、氟化物和砷含量的测定。

5.5.4.2 测定

用移液管移取 100 mL 试验溶液 A,置于 500 mL 烧杯中,加 250 mL 水和 2 滴甲基橙指示液,滴加盐酸溶液至橙色,再过量 6 mL,加热至沸。在不断搅拌下滴加 15 mL 氯化钡溶液。再加热至沸,在沸水浴中保温 1 h。用预先在 180 $^{\circ}\text{C}$ \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚以倾析法过滤,用热水在烧杯中洗涤沉淀 3 次。将沉淀移入玻璃砂坩埚内。继续用热水洗涤沉淀和玻璃砂坩埚内壁,洗涤至每 5 mL 滤液中加 1 滴硝酸银溶液后不产生氯离子反应为止。然后将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电烘箱,在 180 $^{\circ}\text{C}$ \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定。

5.5.5 结果计算

硫酸盐以硫酸根(SO_4)的质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.411\ 6}{m \times (100/250)} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚和沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

0.411 6——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

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 0.03 %。

5.6 氯化物含量的测定

5.6.1 方法提要

在酸性的乙醇-水溶液中,以银-硫化银电极为测量电极,双盐桥甘汞电极为参比电极,用硝酸银标准滴定溶液进行滴定,借助于电位突跃确定其反应终点。

5.6.2 试剂

同 GB/T 3050—2000 中的第 4 章。

5.6.3 仪器、设备

同 GB/T 3050—2000 中的第 5 章。

5.6.4 分析步骤

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A(5.5.4.1),置于 50 mL 烧杯中,加 1 滴溴酚蓝指示液,用氢氧化钠溶液或硝酸溶液调节溶液的 pH 值,使溶液恰呈黄色。加 30 mL 乙醇(95 %),以下按 GB/T 3050—2000 中的 6.2 条规定进行操作。

5.6.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{[(V - V_0)/1\ 000]cM}{m \times (10/250)} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——5.5.4.1 条称取试样的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

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 0.000 5 %。

5.7 砷含量的测定

用移液管移取 0.5 mL 试验溶液 A(5.5.4.1),置于定砷瓶中,加 20 mL 水和 1+1 盐酸溶液 10 mL,加水至总体积约 40 mL,按 GB/T 610—2008 的第 4.1.3 条规定操作。

标准是用移液管移取 2.5 mL[1 mL 溶液含砷(As)1 μ g]的砷标准溶液,与试样同时同样处理。

5.8 氟化物含量测定

5.8.1 方法提要

试样溶解后,在 pH(5.5~6.0)的酸性介质中,以饱和甘汞电极为参比电极,以氟离子选择电极为测定电极,用工作曲线法测定氟含量。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 盐酸溶液:1+4。

5.8.2.2 硝酸溶液:1+15。

5.8.2.3 氢氧化钠溶液:100 g/L。

5.8.2.4 缓冲溶液:将 370 g 二水柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)和 24 g 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 800 mL 水中,然后用水稀释到 1 000 mL,摇匀。

5.8.2.5 氟化物标准溶液:1 mL 溶液含氟(F)0.010 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氟标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.2.6 溴甲酚绿指示液:1 g/L。

5.8.3 仪器

5.8.3.1 氟离子选择电极。

5.8.3.2 饱和甘汞电极。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氟化物标准溶液,分别置于五个 50 mL 容量瓶中,各加 1 mL 盐酸溶液、5 滴缓冲溶液、2 滴溴甲酚绿指示液。用氢氧化钠溶液调节溶液为蓝色,再用硝酸溶液调节为黄色。加 20 mL 缓冲溶液,用水稀释至刻度,摇匀。将溶液倒入干燥的

50 mL烧杯中,置于电磁搅拌器上,放入搅拌子,插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极,连接电位计接线,搅拌片刻,调整电位计零点,记录平衡时的电位值。以氟离子浓度的对数值为横坐标,相应的电位值为纵坐标,绘制工作曲线。

5.8.4.2 测定

用移液管移取 6 mL 试验溶液 A(5.5.4.1),置于 50 mL 容量瓶中,加 10 mL 水,以下操作按 5.8.4.1 自“加 1 mL 盐酸溶液”至“记录平衡时的电位值”止。从工作曲线上查出相应的氟离子含量对数值,求反对数得到氟离子质量。

5.8.5 结果计算

氟化物含量以氟(F)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times (6/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中的氟离子质量的数值,单位为微克(μg);

m ——5.5.4.1 条称取的试样的质量的数值,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 0.000 3 %。

5.9 铁含量的测定

5.9.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH(2~9)时,二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色络合物,用分光光度计在最大吸收波长 510 nm 处测量吸光度。

5.9.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 中第 4 章。

5.9.3 仪器

同 GB/T 3049—2006 中第 5 章。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 的 6.3 条规定,使用 2 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

5.9.4.2 试验溶液的配制

称取约 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150 mL 烧杯中,用少量水润湿,加盖表面皿后沿烧杯壁缓慢加入 10 mL 盐酸,使试样完全溶解。加入 50 mL 水,加热微沸 15 min,冷却。全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

准确移取 10 mL 试验溶液,置于 100 mL 容量瓶中,备用。

5.9.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,加入的其他试剂量与试验溶液的制备完全相同,并同时处理。

5.9.4.4 测定

在装有试验溶液和空白试验溶液的容量瓶中,加水至 60 mL,以下操作按 GB/T 3049—2006 的 6.4 条的规定,从“用盐酸溶液或氨水溶液调节 pH 约为 2”开始,至“测量试液和试剂空白溶液的吸光度”为止。

从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

5.9.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-6}}{m \times (10/100)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- m_1 ——试验溶液中铁的质量的数值，单位为微克(μg)；
- m_2 ——空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为微克(μg)；
- m ——试样的质量的数值，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 0.002 %。

5.10 水不溶物含量的测定

5.10.1 仪器

5.10.1.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

5.10.1.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.10.2 分析步骤

称取约 30 g 试样，精确至 0.01 g，置于 400 mL 烧杯中，加 200 mL 水，加热至沸使之溶解。趁热用已于 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用热水洗涤 10 次（每次用水 20 mL）。将玻璃砂坩埚连同水不溶物一并置于 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

5.10.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_6 计，数值以 % 表示，按式(6)计算：

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- m_1 ——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克(g)；
- m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克(g)；
- m ——试样的质量的数值，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 %。

5.11 pH 值的测定

5.11.1 仪器

酸度计：精度 0.02 pH 单位。

5.11.2 分析步骤

称取 1.00 g \pm 0.01 g 试样，置于 150 mL 烧杯中。用 100 mL 不含二氧化碳的水溶解。在室温下用酸度计测定溶液的 pH 值。

6 检验规则

- 6.1 本标准要求中所列指标项目均为出厂检验项目，应逐批检验。
- 6.2 生产企业用相同材料、基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的工业磷酸氢二钠为一批，每批产品不得大于 60 t。
- 6.3 按 GB/T 6678 中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。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。
- 6.4 生产厂应保证所有出厂的工业磷酸氢二钠产品都符合本标准要求。
- 6.5 检验结果如有指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。
- 6.6 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 工业磷酸氢二钠包装容器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、本标准编号及 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业磷酸氢二钠都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、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 工业磷酸氢二钠应用内衬聚乙烯薄膜的双层袋作内包装;外包装为塑料编织袋;每袋净含量 25 kg 或 40 kg。内袋热合或人工扎口;外袋应牢固缝合。用户有特殊要求,供需协商。

8.2 工业磷酸氢二钠在运输过程中,防止雨淋、日晒。

8.3 工业磷酸氢二钠应贮存于干燥通风的库房内,并需加垫层,防止受潮。

中华人民共和国

化工行业标准

工业磷酸氢二钠

HG/T 2965—2009

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数 16 千字

2010 年 6 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·0823

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