

备案号:3876—1999

HG/T 3465—1999

前 言

本标准是在化工行业标准 HG/T 3465—1977《化学试剂 磷酸氢二铵》的基础上修订而成的。

本标准给出了分析纯、化学纯二个级别,分析纯非等效采用日本工业标准 JIS K 9006—1992 标准《磷酸氢二铵》。

本标准与 JIS K 9006 的主要差异如下:

——本标准比 JIS 标准多水不溶物一项;硫化物代替了 JIS 标准的硫酸盐;pH、硝酸盐、铁、重金属四项严于 JIS 标准;砷宽于 JIS 标准。

——本标准含量、硝酸盐的试验方法与 JIS 标准基本相同;钾、钠采用火焰原子吸收光谱法,而 JIS 标准采用火焰光度法;其他项目采用我国已制定的化学试剂通用试验方法标准。

本标准与 HG/T 3465—1977 的差异为:

增加钾、钠两项;取消碱金属;提高了含量指标。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3465—1977。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位:上海试剂二厂。

本标准主要起草人:孙筱林。

本标准于 1977 年首次发布,于 1984 年复审修改。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3465—1999

化学试剂 磷酸氢二铵

代替 HG/T 3465—1977

Chemical reagent—Diammonium hydrogen phosphate

分子式: $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

相对分子质量: 132.06 (根据 1995 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂磷酸氢二铵的要求、试验方法、检验规则、包装及标志。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 610.2—1988 化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)
(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 619—1988 化学试剂 采样及验收规则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 9724—1988 化学试剂 pH 值测定通则(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 9728—1988 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 9729—1988 化学试剂 氯化物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 9735—1988 化学试剂 重金属测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 9738—1988 化学试剂 水不溶物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 9739—1988 化学试剂 铁测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB 15346—1994 化学试剂 包装及标志

HG/T 3484—1999 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准

3 性状

本试剂为无色结晶,溶于水,不溶于醇。

4 规格

磷酸氢二铵的规格见表 1。

表 1 磷酸氢二铵的规格

名 称	分 析 纯	化 学 纯
磷酸氢二铵含量 $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$, % \geq	99.0	98.0
pH 值(50 g/L, 25℃)	7.8~8.2	7.8~8.2
澄清度试验	合格	合格
水不溶物, % \leq	0.005	0.01
氯化物(Cl), % \leq	0.000 5	0.004
硫化物(以 SO_4 计), % \leq	0.005	0.01
硝酸盐(NO_3), % \leq	0.000 5	0.001
钠(Na), % \leq	0.01	0.02
钾(K), % \leq	0.005	0.01
铁(Fe), % \leq	0.000 5	0.002
砷(As), % \leq	0.000 5	0.002
重金属(以 Pb 计), % \leq	0.000 5	0.001

5 试验

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,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。

5.1 磷酸氢二铵含量

称取 1.8 g 样品(精确至 0.000 1 g),溶于 50 mL 无二氧化碳的水中,加新制备的 1+1 甲醛溶液 40 mL,摇匀,放置 30 min,用校准过的酸度计(精度为 0.02 pH 单位),以玻璃电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极,用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}]$ 滴定至 pH 8.9 为终点。

同时做空白试验。

以质量百分数表示的磷酸氢二铵含量(X)按下式计算:

$$X(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 66.03}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

66.03——磷酸氢二铵的摩尔质量 $\{M[1/2(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]\}$, g/mol;

m ——样品的质量, g。

5.2 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.3 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 规定的下列澄清度标准:

分析纯……………3 号;

化学纯……………5 号。

5.4 水不溶物

将测定澄清度试验的溶液(5.3),在水浴上保温 1 h 后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.5 氯化物

称取 2 g(化学纯取 1 g)样品,溶于水,加 25%硝酸溶液 5 mL,稀释至 20 mL 后,按 GB/T 9729 的

规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液：

分析纯.....0.01 mg Cl₂；

化学纯.....0.04 mg Cl₂。

稀释至 20 mL，与同体积试液同时同样处理。

5.6 硫化物

称取 0.5 g 样品，溶于 20 mL 水中，加 100 g/L 氢氧化钠溶液 4 mL 及 30% 过氧化氢 0.5 mL，缓缓煮沸至氨逸尽（体积约剩 10 mL），冷却，用 20% 盐酸溶液中和，稀释至 20 mL，加 20% 盐酸溶液 0.5 mL 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对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液：

分析纯.....0.025 mg SO₄；

化学纯.....0.050 mg SO₄。

与样品同时同样处理。

5.7 硝酸盐

称取 2 g 样品，溶于 10 mL 水中，加 100 g/L 氯化钠溶液 1 mL 及靛蓝二磺酸钠溶液 [$c(C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2)=0.001\text{ mol/L}$] 1 mL，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对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的硝酸盐标准溶液：

分析纯.....0.01 mg NO₃；

化学纯.....0.02 mg NO₃。

与样品同时同样处理。

5.8 钠

按 GB/T 9723 的规定测定，其中：

5.8.1 仪器条件

光源：钠空心阴极灯；

波长：589.0 nm；

火焰：乙炔-空气。

5.8.2 测定方法

称取 1 g 样品，溶于水，稀释至 100 mL。取 10 mL，共四份，按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.9 钾

按 GB/T 9723 的规定测定，其中：

5.9.1 仪器条件

光源：钾空心阴极灯；

波长：766.5 nm；

火焰：乙炔-空气。

5.9.2 测定方法

称取 10 g 样品，溶于水，稀释至 100 mL。取 10 mL，共四份，按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.10 铁

称取 0.4 g 样品，溶于 15 mL 水中，用 15% 盐酸溶液将溶液 pH 值调至 2 后，按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液：

分析纯.....0.002 mg Fe;

化学纯.....0.008 mg Fe。

与样品同时同样处理。

5.11 砷

称取 1 g (化学纯取 0.5 g) 样品, 溶于 30 mL 水中后, 按 GB/T 610.2 的规定测定。吸收液所呈紫红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的砷标准溶液:

分析纯.....0.005 mg As;

化学纯.....0.010 mg As。

与样品同时同样处理。

5.12 重金属

称取 4 g 样品, 溶于水, 用 30% 乙酸溶液将溶液的 pH 值调至 4, 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对溶液。

标准比对溶液的制备是取剩余的 5 mL 试液及含下列数量的铅标准溶液:

分析纯.....0.01 mg Pb;

化学纯.....0.02 mg Pb。

稀释至 15 mL, 与同体积试液同时同样处理。

6 检验规则

按 GB/T 619 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、贮存与运输, 并给出标志, 其中:

包装单位: 第 4、5 类;

内包装形式: NB-4、NB-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。