

前 言

本标准中优等品、一等品指标等效采用日本工业标准 JIS K 1437:1956(1988)《磷酸钠(正磷酸钠)》中磷酸二氢钠规格。

本标准与日本工业标准主要技术差异如下:

1 根据我国实际情况将产品划分为三个等级。

2 增加了用户要求的硫酸盐、氯化物和重金属三项指标。

3 日本工业标准中主含量指标分别以二水合磷酸二氢钠计和以五氧化二磷计两种方式表示,本标准选用以二水合磷酸二氢钠计表示主含量,其优等品指标参数优于日本工业标准。

4 主含量、水不溶物含量、硫酸盐含量、重金属含量采用我国国家标准 GB/T 1908—1980《食品添加剂 磷酸二氢钠》规定的方法测定。使不同用途的同一产品试验方法能够统一。

5 铁含量、氯化物含量、砷含量采用我国通用方法标准规定的方法测定。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究院、江苏宜兴太湖染料化工厂。

本标准主要起草人:丁克新、姚锦娟、孔祥纬。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2767—1996

工业磷酸二氢钠

1 范围

本标准规定了工业磷酸二氢钠的要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以工业磷酸和氢氧化钠(或碳酸钠)为原料,经中和、结晶、分离而生产的工业磷酸二氢钠。该产品主要用于锅炉水处理、电镀缓冲剂、染料助剂、颜料沉淀剂,还用于洗涤剂、云母片砌合、焙粉制造等。

分子式: $2\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:156.01(按1991年国际相对原子质量)

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 191—1990 包装储运图示标志

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(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB 1908—1980 食品添加剂 磷酸二氢钠

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

GB/T 3050—1982 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—1986 化工产品采样总则

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

GB/T 8946—1988 塑料编织袋

3 要求

3.1 外观:白色结晶。

3.2 工业磷酸二氢钠应符合表1要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
主含量(以 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 计) \geq	98.5	98.0	97.0
水不溶物含量 \leq	0.10	0.15	0.20
铁(Fe)含量 \leq	0.05	0.10	—
砷(As)含量 \leq	0.005	—	
碱度(以 Na_2O 计)	18.8~20.0	18.8~21.0	
硫酸盐(以 SO_4 计)含量 \leq	0.3	0.5	—
氯化物(以 Cl 计)含量 \leq	0.20	0.40	—
重金属(以 Pb 计)含量 \leq	0.005	—	

4 采样

4.1 每批产品不超过 30 t。

4.2 按照 GB/T 6678 中 6.6 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。

4.3 试验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样核验,核验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

5 试验方法

5.1 本标准中规定的所有八项指标项目为型式试验项目,其中主含量、水不溶物含量、铁含量、碱度、硫酸盐含量、氯化物含量六项为常规试验项目,应逐批试验。在正常生产情况下,每三个月至少进行一次型式试验。

5.2 采用 GB/T 1250 中 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

5.3 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 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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

5.4 主含量的测定

按 GB 1908 第 10 章规定进行。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

5.5 水不溶物含量的测定

按 GB 1908 第 14 章规定进行。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.6 铁含量的测定

5.6.1 方法提要

按 GB/T 3049 第 2 章。

5.6.2 试剂和材料

按 GB/T 3049 第 3 章。

5.6.3 仪器、设备

按 GB/T 3049 第 4 章。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049 的 5.3 规定,使用 3 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

5.6.4.2 试验溶液的制备

称取约 1.5 g 试样(精确至 0.01 g),加水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.4.3 测定

用移液管分别移取 5 mL 试验溶液和水(空白试验溶液),分别置于 100 mL 烧杯中,以下操作按 GB/T 3049 的 5.4 规定,从“必要时,加水至 60 mL”开始,至“测量试液和试剂空白溶液的吸光度”为止。

5.6.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m \times \frac{5}{100} \times 10^6} \times 100$$

$$= \frac{0.002 (m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度,由工作曲线上查得的铁的质量, μg ;

m_2 ——根据测得的空白试验溶液吸光度,由工作曲线上查得的铁的质量, μg ;

m ——试料的质量, g。

5.6.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.005%。

5.7 砷含量的测定

5.7.1 方法提要

按 GB/T 610.1 第 3 章。

5.7.2 试剂和材料

按 GB/T 610.1 第 4 章及。

砷标准溶液: 1 mL 溶液含有 1 μg As。

用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 配制的砷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前制备。

5.7.3 仪器、设备

按 GB/T 610.1 第 5 章。

5.7.4 分析步骤

称取 0.100 g 试样(精确至 0.001 g),置于广口瓶中,以下操作按 GB/T 610.1 第 6 章规定的方法进行测定。

砷标准色斑的制备:用移液管移取 5 mL 砷标准溶液,置于广口瓶中,与试料同时同样处理。

5.8 碱度的测定

5.8.1 方法提要

试验溶液呈酸性,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,通过氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量,计算出碱度。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 氯化钠;

5.8.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.5 mol/L;

5.8.2.3 酚酞指示液: 10 g/L。

5.8.3 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 水溶解,加入约 5 g 氯化钠。溶液保持在(5~15)℃,加入 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色。同时作空白试验。

5.8.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的碱度(以 Na_2O 计)(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.030\ 99}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白滴定消耗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实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.030 99——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氧化钠的质量。

5.8.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

5.9 硫酸盐含量的测定

5.9.1 方法提要

在微酸性介质中,用氯化钡沉淀硫酸根离子,与硫酸钡标准悬浮液比浊。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 盐酸溶液:1+5;

5.9.2.2 氯化钡溶液:100 g/L;

5.9.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg SO_4 。

5.9.3 分析步骤

称取 0.200 g 试样(精确至 0.001 g),置于 50 mL 比色管中,加 20 mL 水溶解,加入 1 mL 盐酸溶液、2 mL 氯化钡溶液,加水至刻度,摇匀,置于(40~50)℃水浴中,10 min 后比较,其浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是取 6.0 mL(优等品)、10.0 mL(一等品)硫酸盐标准溶液,置于 50 mL 比色管中,与试料同时同样处理。

5.10 氯化物含量的测定

5.10.1 方法提要

按 GB/T 3050 第 2 章。

5.10.2 试剂和材料

按 GB/T 3050 第 4 章。

5.10.3 仪器、设备

按 GB/T 3050 第 3 章。

5.10.4 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g),用水溶解后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 2 mL 试验溶液,置于 50 mL 烧杯中,加 1 滴溴酚蓝指示液,用硝酸溶液调节试验溶液恰呈黄色,加乙醇,使乙醇与试验溶液的体积之比为 3:1,总体积不大于 40 mL。用硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$] 滴定,以下操作按 GB/T 3050 的 4.7.3 从“放入电磁搅拌子”开始操作,但不再一次加入 4 mL 硝酸银标准滴定溶液。

同时作空白试验。

5.10.5 分析结果的表述

按 GB/T 3050 第 5 章。

5.10.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

5.11 重金属含量的测定

5.11.1 方法提要

在弱酸性条件下,试样中的重金属离子与硫化氢作用,生成棕黑色,与标准比色溶液进行比较。

5.11.2 试剂和材料

按 GB 1908 第 15 章。

5.11.3 分析步骤

称取 0.50 g 试样(精确至 0.01 g),置于 50 mL 比色管中,加 20 mL 水溶解,加入 1 滴酚酞指示液,用氨水调节至淡红色。加 0.5 mL 乙酸溶液,10 mL 饱和硫化氢水,以水稀释至刻度,摇匀,在暗处放置 10 min,其颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是取 2.5 mL 铅标准溶液(0.01 mg/mL),与试料同时同样处理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业磷酸二氢钠包装上应有牢固清晰的标志,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期、和本标准编号,以及 GB 191 中规定的“怕热”标志和“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的工业磷酸二氢钠都应附有质量证明书。内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净重、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。

6.3 工业磷酸二氢钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为(0.03~0.05) mm,外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 中 A 型、B 型的规定。该产品每袋净重 25 kg、50 kg。

6.4 工业磷酸二氢钠双层包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。针距 7 mm~12 mm,缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

6.5 工业磷酸二氢钠在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋,受潮。防止高温,曝晒。不得与碱混运。

6.6 工业磷酸二氢钠应贮存于阴凉干燥处,防止雨淋、受潮。防止高温,曝晒。不得与碱混贮。