

备案号:7249—2000

HG/T 2965—2000

前 言

本标准是对化工行业标准 HG/T 2965—1985(1997)《磷酸氢二钠》进行文本转换而成的。

本标准与 HG/T 2965—1985 的主要差异:

——将“磷酸氢二钠”改为“工业磷酸氢二钠”。

——氯化物含量的测定采用 GB/T 3050—2000。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2965—1985。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院和江苏澄星磷化工集团。

本标准主要起草人:李光明。

本标准于 1970 年首次发布,1985 年第一次修订改为国家标准,1992 年调整为化工行业标准,1997 年转化为 HG/T 2965—1985。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2965—2000

工业磷酸氢二钠

代替 HG/T 2965—1985

Disodium hydrogen phosphate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业磷酸氢二钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业磷酸氢二钠,主要用于化工、造纸、皮革、水处理等工业原料。

分子式: $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 357.96(按 1997 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/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/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—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(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:白色均匀流沙状结晶。

3.2 工业磷酸氢二钠应符合表 1 要求。

表 1 要求

| 项 目 | 指 标 | |
|---|---------------|---------------|
| | 一等品 | 合格品 |
| 磷酸氢二钠(以 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 计)含量/% | ≥ 97.0 | 96.0 |
| 硫酸盐(以 SO_4 计)含量/% | ≤ 0.7 | 1.2 |
| 氯化物(以 Cl 计)含量/% | ≤ 0.05 | 0.10 |
| 砷(As)含量/% | ≤ 0.005 | — |
| 氟化物含量(以 F 计)/% | ≤ 0.05 | — |
| 水不溶物含量/% | ≤ 0.05 | 0.10 |
| pH 值(1%水溶液) | 9.0 ± 0.2 | 9.0 ± 0.2 |

国家石油和化学工业局 2000-05-23 批准

2000-12-01 实施

4 试验方法

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。

4.1 磷酸氢二钠含量的测定

4.1.1 方法提要

在酸性介质中,试验溶液中的磷酸根全部与加入的喹钼柠酮形成沉淀,经过滤,干燥,称量,计算出磷酸氢二钠含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 钼酸钠。

4.1.2.2 柠檬酸。

4.1.2.3 盐酸溶液:1+1。

4.1.2.4 硝酸溶液:1+1。

4.1.2.5 喹钼柠酮溶液。

制备:

a) 称取 70 g 钼酸钠溶解于 100 mL 水中,此溶液为 I;

b) 称取 60 g 柠檬酸溶解于 150 mL 水中,加入 85 mL 硝酸中,此溶液为 II;

c) 在搅拌下将溶液 I 倒入溶液 II 中,此溶液为 III;

d) 在 100 mL 水中加入 35 mL 硝酸和 5 mL 喹啉,此溶液为 IV;

e) 将溶液 IV 倒入溶液 III 中,放置 12h 后,用玻璃砂坩埚过滤,再加入 280 mL 丙酮,用水稀释至 1 000 mL,混匀,并贮存于聚乙烯瓶中。

4.1.3 仪器、设备

4.1.3.1 玻璃砂坩埚:孔径为 5 μm ~15 μm 。

4.1.3.2 电烘箱:温度能控制在(180 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$ 。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 2.5 g 试样(精确至 0.000 2 g)。置于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 水溶解,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.1.4.2 空白溶液的制备

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。

4.1.4.3 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液和空白溶液分别置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,加水至总体积约 100 mL,加热煮沸 5 min 后,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 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$,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 3~4 次,用预先在(180 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重的玻璃砂坩埚抽滤。先将上层清液过滤,倾泄法用洗瓶冲洗沉淀 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烘箱中从温度稳定时计时,在(180 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$ 干燥 45 min,取出稍冷后,置于干燥器中冷却至室温,称量。

4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸氢二钠(以 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 计)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1618}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 = \frac{404.5(m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

m_2 ——空白溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

m ——试样的质量, g;

0.161 8——磷钼酸喹啉换算成磷酸氢二钠的系数。

4.1.6 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 0.3%。

4.2 硫酸盐含量的测定

4.2.1 方法提要

在酸性介质中,硫酸根离子与钡离子生成难溶的硫酸钡,根据硫酸钡的质量计算出硫酸盐的含量。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 氯化钡溶液:20 g/L。

4.2.2.2 盐酸溶液:1+1。

4.2.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

4.2.2.4 甲基橙指示液:1 g/L。

4.2.3 仪器、设备

4.2.3.1 玻璃砂坩埚:孔径为 5 μm ~15 μm ;

4.2.3.2 电烘箱:温度能控制在(180 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 25 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。溶液进行干过滤,弃去前 20 mL 滤液,此溶液作为硫酸盐、氯化物、氟化物和砷含量的测定。

4.2.4.2 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 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$ 恒重过的玻璃砂坩埚抽滤,将上层清液过滤,再用热水以倾泄法洗涤沉淀 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。将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电烘箱中,在(180 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$ 烘至恒重。

同时进行空白试验。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸盐(以 SO_4 计)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.4116}{m \times \frac{100}{250}} \times 100 = \frac{102.9 (m_1 - m_2)}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_2 ——试验溶液生成硫酸钡沉淀的质量, g;

m_1 ——空白溶液生成硫酸钡沉淀的质量, g;

m ——试样的质量, g;

0.411 6——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

4.2.6 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 0.03%。

4.3 氯化物含量的测定

4.3.1 方法提要

同 GB/T 3050--2000 中第 2 章。

4.3.2 试剂和溶液

同 GB/T 3050—2000 中第 4 章。

4.3.3 仪器、设备

同 GB/T 3050—2000 中第 3 章。

4.3.4 分析步骤

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A, 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试验溶液恰呈黄色, 加 30 mL 乙醇使试验溶液与乙醇的体积比为 1:3。以下操作按 GB/T 3050—2000 中 5.2 进行测定。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 Cl 计)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2) c \times 0.03545}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 = \frac{88.62 \times c(V_1 - V_2)}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中: V_1 ——滴定试验溶液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白溶液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.03545——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氯的质量。

4.3.6 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 0.002%。

4.4 砷含量的测定

4.4.1 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法(仲裁法)

4.4.1.1 方法提要

同 GB/T 7686—1987 第 2 章。

4.4.1.2 试剂和材料

同 GB/T 7686—1987 第 3 章。

4.4.1.3 仪器、设备

同 GB/T 7686—1987 第 4 章。

4.4.1.4 分析步骤

a) 工作曲线的绘制

按 GB/T 7686—1987 中 5.3 绘制。

b) 测定

用移液管移取 5 mL 试验溶液 A 置于砷发生装置的锥形瓶中, 加 10 mL 盐酸溶液, 加水至约 40 mL, 以下按 GB/T 7686—1987 中 5.4 从“……加 2 mL 碘化钾溶液, 加 2 mL 氯化亚锡溶液, ……”开始操作。从工作曲线上查出相应的砷含量。

4.4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的砷(以 As 计)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{5}{250}} \times 100 = \frac{5 m_1}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的砷含量, mg;

m ——试样的质量, g。

4.4.1.6 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 0.000 5%。

4.4.2 砷斑法

4.4.2.1 方法提要

同 GB/T 601.1—1988 第 3 章。

4.4.2.2 试剂和材料

- a) 无砷锌粒。
- b) 盐酸溶液:1+1。
- c) 碘化钾溶液:150 g/L。
- d) 氯化亚锡溶液:400 g/L。
- e) 乙酸铅棉花。
- f) 溴化汞试纸。
- g) 砷标准溶液:1 mL 溶液含有 2.5 $\mu\text{m As}$ 。

4.4.2.3 仪器、设备

同 GB/T 610.1—1988 第 5 章。

4.4.2.4 分析步骤

用移液管移取 5 mL 试验溶液 A 置于测砷瓶中,加 30 mL 水溶解。加 10 mL 盐酸溶液,摇匀。加 2 mL 碘化钾溶液、1 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 15 min。加 2.5 g 无砷锌粒,立即将装置装好,置于 25 $^{\circ}\text{C}$ ~30 $^{\circ}\text{C}$ 暗处放置 1 h~1.5 h。溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准。

标准是用移液管移取 10.00 mL 的砷标准溶液,除不加试样外,与试样同时同样处理。

4.5 氟化物含量的测定

4.5.1 方法提要

试样溶解后,在 pH5.5~6.0 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量电极,用工作曲线法测定氟含量。

4.5.2 试剂和材料

- 4.5.2.1 盐酸溶液:1+4。
- 4.5.2.2 硝酸溶液:1+15。
- 4.5.2.3 氢氧化钠溶液:100 g/L。
- 4.5.2.4 缓冲溶液。

溶解 270 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($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 800 mL 水中,然后用水稀释到 1 000 mL。

4.5.2.5 氟化物标准溶液:0.10 mg F/mL。

4.5.2.6 溴钾酚绿指示液:1 g/L。

4.5.3 仪器、设备

- 4.5.3.1 氟离子选择电极。
- 4.5.3.2 饱和甘汞电极。
- 4.5.3.3 电位计。
- 4.5.3.4 电磁搅拌器和搅拌子。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取相当于氟含量为 1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 的氟化物标准溶液,分别置于 50 mL 容量瓶中,各加 1 mL 盐酸溶液、5 滴缓冲溶液、2 滴溴钾酚绿指示液。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。将溶液倒入清洁干燥的 50 mL 烧杯中,置于电磁搅拌器上,放入搅拌子,将连接电位的氟离子选择电极及饱和

甘汞电极插入溶液中,开动搅拌器,测量溶液电位值,记录平衡时的电位值。以氟含量的对数值为横坐标,相应的电位值为纵坐标,绘制工作曲线。

4.5.4.2 测定

用移液管移取 10.00 mL 试验溶液 A,置于 50 mL 容量瓶中,加 10 mL 水,以下操作按 4.5.4.1 中自“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含量的对数,查反对数得到氟含量。

4.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氟化物(以 F 计)含量(X_5)按下式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 = \frac{2.5 \times m_1}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出并求得的氟含量,mg;

m ——试样的质量,g。

4.5.6 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 0.002%。

4.6 水不溶物的测定

4.6.1 仪器、设备

4.6.1.1 玻璃砂坩埚:孔径为 5 μm ~15 μm 。

4.6.1.2 电烘箱:控制温度 105℃~110℃。

4.6.2 分析步骤

称取约 50 g 试样(精确至 0.01 g),置于 500 mL 烧杯中,加 250 mL 水,加热煮沸。趁热用预先在 105℃~110℃恒重的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗涤烧杯和水不溶物 10 次。将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于 105℃~110℃电烘箱中烘至恒重。

4.6.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物(X_6)按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

式中: m_2 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量,g;

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量,g;

m ——试样的质量,g。

4.6.4 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 0.002%。

4.7 pH 值的测定

4.7.1 方法提要

将指示电极和参比电极浸入被测溶液中,构成一原电池,其电动势与溶液的 pH 值有关,通过测量原电池的电动势即可得出溶液的 pH 值。

4.7.2 仪器、设备

4.7.2.1 酸度计:精度为 0.1 pH 单位。

4.7.2.2 玻璃电极:使用前须在水中浸泡 24 h 以上,使用后清洗,并浸于水中保存。

4.7.2.3 饱和甘汞电极。

4.7.3 分析步骤

称取约 1.0 g 试样,置于 150 mL 烧杯中,准确加 100 mL 不含二氧化碳的水溶解。测定试样溶液的 pH 值。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 30 t。

5.3 按照 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定确定采样单元数。每一塑料编织袋为一包装单元。采样时,从每个选取的包装袋的上方斜插至料层深度的 3/4 处,用采样器取出不少于 50 g 的样品,将所采的样品混匀后,按四分法缩分至约 200 g,立即装入两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业磷酸氢二钠由生产厂的质量监督检查部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的工业磷酸氢二钠都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业磷酸氢二钠进行验收,验收应在到货之日算起的一个月内进行。

5.6 检验结果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进行复验,复验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

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

6 标志、标签

6.1 工业磷酸氢二钠包装袋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、净含量、批号或生产日期、生产许可证号、本标准编号。

6.2 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、商标、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。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业磷酸氢二钠内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度为 0.07 mm。外包装采用塑料编织袋包装。每袋净含量 50 kg。用户对包装有特殊要求时,可供需协商。

7.2 工业磷酸氢二钠包装的薄膜袋用维尼龙绳或其质量相当的绳两次扎紧,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。缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

7.3 工业磷酸氢二钠在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋。

7.4 工业磷酸氢二钠应贮存在干燥库房处,防止雨淋、受潮、日晒。