

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2321—92

磷 酸 二 氢 钾

1992-06-01 发布

1992-09-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工、农业用磷酸二氢钾的技术要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、贮存和运输。本标准适用于工、农业用的磷酸二氢钾。该产品：工业上用于医药、缓冲剂、培养剂等；农业上作为肥料。

分子式： KH_2PO_4

相对分子质量：136.09(按1989年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 610.1 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法

GB 3050 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

GB 7686 化工产品中砷含量测定的通用方法

GB 8569 固体化学肥料包装

3 技术要求

3.1 外观：磷酸二氢钾为白色结晶或粉末，农业用磷酸二氢钾允许带微色。

3.2 磷酸二氢钾应符合表1的要求。

表1 磷酸二氢钾的技术指标 $\%(m/m)$

项 目	工 业		农 业	
	一等品	合格品	一等品	合格品
磷酸二氢钾(KH_2PO_4 以干基计)含量 \geq	98.0	97.0	96.0	92.0
水分 \leq	2.5	3.0	4.0	5.0
pH 值	4.3~4.7		4.3~4.7	
水不溶物含量 \leq	0.2	0.5	—	
氯化物(Cl)含量 \leq	0.20	—		

续表 1

%(m/m)

项 目	工 业		农 业	
	一等品	合格品	一等品	合格品
铁(Fe)含量 \leq	0.003	—	—	—
砷(As)含量 \leq	0.005			
重金属(以 Pb 计)含量 \leq	0.005			
氧化钾(K ₂ O 以干基计)含量 \geq	33.9	33.5	33.2	31.8

4 试验方法

本标准试验方法中所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

试验方法中所配制的标准溶液、制剂及制品在没有注明其他规定时,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备及标定。

本标准中杂质含量的测定,工厂可以根据标准中规定的量,制备测定杂质含量的统一试样溶液。

4.1 磷酸二氢钾(KH₂PO₄)含量的测定 磷钼酸喹啉重量法(仲裁法)

4.1.1 原理

在酸性介质中,含磷溶液中的正磷酸根离子和喹钼柠酮试剂生成黄色的磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥和称量,所得沉淀的量换算为磷酸二氢钾含量。

4.1.2 试剂和溶液

4.1.2.1 硝酸(GB 626)1+1 溶液。

4.1.2.2 喹钼柠酮试剂的配制:

溶液 A:70 g 钼酸钠溶解在加有 100 mL 水的 400 mL 烧杯中。

溶液 B:60 g 柠檬酸溶解在加有 100 mL 水的 1 000 mL 烧杯中,再加 85 mL 硝酸。

溶液 C:将溶液 A 加到溶液 B 中,混匀。

溶液 D:混合 35 mL 硝酸和 100 mL 水在 400 mL 烧杯中,并加入 5 mL 喹啉。

溶液 E:将溶液 D 加到溶液 C 中,混匀,静置 24 h 后,用滤纸过滤,滤液中加入 280 mL 丙酮,用水稀释至 1 000 mL。溶液贮存于聚乙烯瓶中,置于暗处,避光避热。

4.1.3 仪器

通常实验室用仪器和

4.1.3.1 玻璃滤器:滤板编号 4;

4.1.3.2 干燥箱:能控制温度在 $180\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试样溶液的制备:

称取预先在 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 h 后的 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 烧杯中,用水溶解,并转移到 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

4.1.4.2 测定:

吸取 10.0 mL 试样溶液于 500 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(1+1)溶液,用水稀释至 100 mL,加热近沸,加入 50 mL 喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在电热板微沸 1 min 或近沸水浴中保温至沉淀分层,取出冷却至室温,冷却过程中转动烧杯 3~4 次。

用预先在 $180\pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重的玻璃滤器抽滤,先将上层清液滤光,然后以倾泻法洗涤沉淀 1~2 次(每次用 25 mL 水),将沉淀转移到滤器中,再用水继续洗涤,所用水共 125~150 mL。将滤器与沉淀

置于 $180 \pm 2^\circ\text{C}$ 的干燥箱内,待温度达到后干燥 45 min,移入干燥器中冷却至室温,称量。

4.1.4.3 空白试验:

在测定的同时,按同样的操作步骤,同样试剂、用量、但不含试样进行空白试验。取平行测定结果的算术平均值为空白试验值。

4.1.5 分析结果的表述

磷酸二氢钾(KH_2PO_4)含量 X_1 ,以磷酸二氢钾质量百分数表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.0615}{m \times \frac{V}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

m_2 ——空白试验所测得的磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

m ——试样的质量, g;

0.0615——磷钼酸喹啉沉淀的质量换算为磷酸二氢钾质量的系数。

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 0.30%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.60%。

4.2 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)含量的测定 容量法

4.2.1 原理

磷酸二氢钾水溶液,在百里香酚蓝指示液存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由黄绿色变为蓝色,计算磷酸二氢钾含量。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 氯化钠(GB 1266);

4.2.2.2 邻苯二甲酸氢钾(GB 1257):基准试剂;

4.2.2.3 氢氧化钠(GB 629)标准滴定溶液, $c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$ 溶液,按 GB 601 配制与标定;

4.2.2.4 百里香酚蓝(GB 629)指示液:1.0 g/L,溶解 1.0 g 百里香酚蓝于 22 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液中,用 50%乙醇溶液稀释至 1 000 mL。

4.2.3 仪器

通常实验室用仪器。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 测定:

称取预先于 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥 2 h 后的 3 g 试样,精确到 0.001 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加 80 mL 水溶解,加 5 g 氯化钠,8~10 滴(约 3 mL)百里香酚蓝指示液(或用酸度计),用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至蓝色或 pH 值 9.1 为终点。

4.2.4.2 空白试验:

在测定的同时,按同样的操作步骤,同样试剂和用量,但不含试样进行空白试验。取平行测定结果的算术平均值为空白试验值。

4.2.5 分析结果的表述

磷酸二氢钾(KH_2PO_4)含量 X_2 ,以磷酸二氢钾质量百分数表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c(V - V_1) \times 0.1361}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V ——测定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——空白试验时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.136 1——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,以克表示的磷酸二氢钾的质量。

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 0.30%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.40%。

4.3 水分的测定 干燥失重法

4.3.1 方法提要

在 105~110℃ 下试样干燥 2 h,由失重量求得水分。

4.3.2 仪器

通常实验室用仪器和

4.3.2.1 称量瓶:具有磨口盖,直径 50 mm,高 30 mm 扁形瓶;

4.3.2.2 干燥箱:能控制温度在 105~110℃。

4.3.3 分析步骤

称取 10 g 试样,精确到 0.001 g,置于预先在 105~110℃ 下干燥至恒重的称量瓶中,摊平试样,放入 105~110℃ 的干燥箱中,干燥 2 h,取出置于干燥器中冷却至室温,称量。

4.3.4 分析结果的表述

水分 X_3 ,以水的质量百分数表示,按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——干燥后试样的质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.3.5 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 0.20%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

4.4 pH 值的测定 电位测定法

4.4.1 方法提要

使用带有玻璃电极与甘汞电极的酸度计,测定磷酸二氢钾浓度为 3 g/L 溶液的 pH 值。

4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 所用试剂均指基准试剂或优级纯以上试剂。所用水指不含二氧化碳的蒸馏水;

4.4.2.2 磷酸二氢钾 [$c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=0.025 \text{ mol/L}$] 和磷酸氢二钠 [$c(\text{Na}_2\text{HPO}_4)=0.025 \text{ mol/L}$] 缓冲溶液:称取 3.40 g 磷酸二氢钾溶于大约 400 mL 水中;另称取 3.55 g 磷酸氢二钠溶于约 400 mL 水中;将这两种溶液转移到 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液贮放在密闭容器内,在 25℃ 下此缓冲溶液的 pH 值为 6.86。磷酸二氢钾和磷酸氢二钠需在 120±10℃ 下干燥 2 h。

4.4.2.3 苯二甲酸氢钾 [$c(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_4\text{K})=0.05 \text{ mol/L}$] 缓冲溶液:称取 10.21 g 于 110℃ 下干燥 1 h 的苯二甲酸氢钾,溶于水并转移到 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液贮存在密闭容器内,此溶液的浓度 $c(\text{C}_6\text{H}_4\text{CO}_2\text{HCO}_2\text{K})$ 为 0.05 mol/L,在 25℃ 下 pH 值为 4.01。

4.4.3 仪器

通常实验室用仪器和带有玻璃电极、甘汞电极的酸度计,灵敏度为 0.1pH 单位。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 试样溶液的制备:

称取 3 g 试样、精确到 0.01 g,置于合适的烧杯中,加水至 100 mL 溶解后待用。

4.4.4.2 酸度计的校正:

用缓冲溶液(4.4.2.2 与 4.4.2.3),按酸度计使用说明书校正酸度计。

4.4.4.3 测定：

在试样溶液中插入酸度计的两支电极，在与校正时相同的条件下进行测量。

4.4.5 分析结果的表述

磷酸二氢钾溶液的 pH 值，以 pH 表示。

4.5 水不溶物含量的测定 重量法**4.5.1 方法提要**

用水溶解试样，经玻璃滤器抽滤、洗涤、干燥、称量，计算水不溶物含量。

4.5.2 仪器

通常实验室用仪器和

4.5.2.1 玻璃滤器：滤板编号 4；**4.5.2.2 干燥箱：能控制温度在 105~110℃。****4.5.3 分析步骤**

称取 10 g 试样，精确到 0.001 g，置于 400 mL 烧杯中，加 100 mL 80℃ 的蒸馏水溶解，用预先在 105~110℃ 下恒重的玻璃滤器趁热抽滤，以水洗涤烧杯及玻璃滤器 6~8 次，将滤器与水不溶物置于 105~110℃ 干燥箱内干燥至恒重。

4.5.4 分析结果的表述

水不溶物的含量 X_4 ，以水不溶物的质量百分数表示，按式(4)计算：

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_1 ——水不溶物加玻璃滤器的质量，g；

m_2 ——玻璃滤器的质量，g；

m ——试样的质量，g。

4.5.5 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 0.05%；不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.10%。

4.6 氯化物含量的测定 电位滴定法(仲裁法)**4.6.1 原理**

同 GB 3050 第 2 章。

4.6.2 试剂和溶液

同 GB 3050 第 4 章。

4.6.3 仪器

同 GB 3050。

4.6.4 分析步骤**4.6.4.1 硝酸银标准滴定溶液的标定：**

准确吸取 5.0 mL 0.01 mol/L 氯化钾标准溶液于 100 mL 烧杯中，加 5 mL 硝酸溶液(1+1)，用水稀释至 50 mL 放入铁芯搅拌棒，将烧杯放在电磁搅拌器上，控制溶液温度在 20℃ 下。将银电极及甘汞电极插入溶液中，接好电极和电位计之间线路，校正仪器零点。用微量滴定管加入 4 mL 0.01 mol/L 硝酸银标准滴定溶液，并继续分次加入硝酸银标准滴定溶液，每次 0.10 mL，待电位值稳定后，记下硝酸银标准滴定溶液的体积及相应的电位值，同时计算电位值的连续增量(ΔE_1)及二次 ΔE_1 的差值(ΔE_2 正值或负值)。滴定至终点所需硝酸银标准滴定溶液给出最大 ΔE_1 值所消耗的硝酸银标准滴定溶液。

再取 10.0 mL 0.01 mol/L 氯化钾标准溶液进行滴定，除开始加入硝酸银标准滴定溶液数量由 4 mL 改为 9 mL 外，其他操作与滴定 5.0 mL 氯化钾标准溶液相同。

滴定至终点所消耗硝酸银标准滴定溶液的体积(V)，按式(5)计算：

$$V = V_0 + V_1 \frac{b}{B} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中： V_0 ——得到最大 ΔE_1 的前一点硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

V_1 ——相当于最后(终点)加入部分的硝酸银标准滴定溶液的体积，0.10 mL；

b —— ΔE_2 最后一次正值；

B —— ΔE_2 最后一次正值和第一次负值的绝对值之和。

试验记录格式举例见 GB 3050 中的附录 C。

硝酸银标准滴定溶液的浓度(mol/L)按式(6)计算：

$$c = c_1 \frac{5}{V_2 - V_3} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中： c_1 ——氯化钾标准溶液的浓度，mol/L；

V_2 ——相当于 10 mL 氯化钾标准溶液的体积，mL；

V_3 ——相当于 5 mL 氯化钾标准溶液的体积，mL；

5——两次氯化钾标准溶液体积之间的差值，mL。

4.6.4.2 测定：

称取约 1 g 试样(氯含量不超过 1.5 mg¹⁾，精确到 0.000 2 g，于 100 mL 烧杯中，加 50 mL 水溶解，加 5 mL 硝酸溶液(1+1)，放入铁芯搅拌棒，以下按“4.6.4.1”中“将烧杯放在电磁搅拌器上……”至“所消耗的硝酸银标准滴定溶液”进行操作。

4.6.4.3 空白试验：

在测定的同时，按同样的操作步骤，同样的试剂、用量，但不含试样进行空白试验。取平行测定结果的算术平均值为空白试验值。

空白试验所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积 V_5 (mL)，按式(7)计算：

$$V_5 = 2V_3 - V_2 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中： V_2 和 V_3 ——与 4.6.4.1 中叙述相同。

4.6.5 分析结果的表述

氯化物含量 X_6 ，以氯(Cl)的质量百分数表示，按式(8)计算：

$$\begin{aligned} X_6 &= \frac{(V_4 - V_5) \cdot c \times 0.03545}{m} \times 100 \\ &= \frac{c(V_4 - V_5) \times 3.545}{m} \quad \dots\dots\dots (8) \end{aligned}$$

式中： c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V_4 ——测定时所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

V_5 ——空白试验时所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

m ——试样的质量，g；

0.035 45——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。

4.6.6 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 0.01%。

4.7 氯化物含量的测定 目视比浊法

4.7.1 原理

在酸性介质中，试样中的氯化物与硝酸银作用，生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时，在一定时间内氯化银呈悬浮体，使溶液混浊，再与氯化银标准浊度比较，确定试样中氯化物含量。

编者注：原版为 $1.5 \times 10^3 \text{ mg}$ ，本版改为 1.5mg。

4.7.2 试剂和溶液

4.7.2.1 硝酸(GB 626)溶液;5 mol/L;

4.7.2.2 硝酸银(GB 670)溶液;0.1 mol/L;

4.7.2.3 氯化钾(GB 646)(优级纯)标准溶液;0.01 mg/mL 氯的溶液;准确称取预先在 130℃ 下干燥 1 h 的 0.4206 g 氯化钾,精确到 0.000 2 g,溶于少量水中,转移到 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。吸取 25.0 mL 上述氯化钾溶液,注入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.7.3 仪器

通常实验室用仪器和

4.7.3.1 25 mL 比色管;

4.7.3.2 2.0 和 10.0 mL 移液管。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 标准浊度的制备:

取 2.0 mL 氯的标准溶液注于 25 mL 比色管中,加入 2.0 mL 硝酸溶液(4.7.2.1),1 mL 硝酸银溶液(4.7.2.2),用水稀释至刻度,混匀。

4.7.4.2 测定:

称取 0.1 g 试样,精确到 0.000 2 g,置于烧杯中,加 50 mL 水使之溶解,加 20 mL 硝酸溶液(4.7.2.1)转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。溶液浑浊,进行干过滤。吸取 10.0 mL 试样溶液,于 25 mL 比色管中,加 1 mL 硝酸银标准溶液(4.7.2.2),用水稀释至刻度,混匀。放置 10 min 后,所呈浊度与标准比较。

4.8 铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法

4.8.1 原理

同 GB 3049 中的第 2 章。

4.8.2 试剂和溶液

同 GB 3049 中的第 3 章。

4.8.3 仪器

同 GB 3049 中的第 4 章。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 试样溶液的制备:

称取 5 g 试样,精确到 0.001 g,于 50 mL 烧杯中,用水溶解,并转移到 50 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。溶液浑浊需干过滤。

4.8.4.2 试剂空白试验:

同 GB 3049 中 5.2 条。

4.8.4.3 标准曲线的绘制:

分别取 0、10.0、20.0、30.0、40.0 mL 铁标准溶液(相当于铁含量 100、200、300、400 μg)于 5 只 100 mL 容量瓶中。以下步骤按 GB 3049 从 5.3.2“显色”一条开始,进行操作,直至“绘制标准曲线”为止。

4.8.4.4 测定:

取 20.0 mL 试液(4.8.4.1),置于 100 mL 烧杯中,以下操作,按 GB 3049 中 5.4.1,从“必要时,加水至……”开始,进行操作。

以水为参比,测量试液和试剂空白溶液的吸光度。

4.8.5 分析结果的表述

铁含量 X_6 ,以铁(Fe)的质量百分数表示,按式(9)计算:

$$X_6 = \frac{m_1 \times 10^{-8}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中： m_1 ——从标准曲线上查得的试液中铁含量，mg；

m ——试样的质量，g。

4.8.6 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 3%，不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.000 5%。

4.9 铁含量的测定 邻菲罗啉目视比色法

4.9.1 原理

用抗坏血酸将试样溶液中的三价铁离子还原成二价铁离子，在 pH4.5 条件下，二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色络合物，与铁标准色比较。

4.9.2 试剂和溶液

所用试剂和溶液配制同 4.8.2。

4.9.3 仪器

通常实验室用仪器和 25 mL 比色管。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 标准色的制备

吸取 3.0 mL 0.010 mg/mL 铁标准溶液于比色管中，加约 5 mL 水，用盐酸溶液调节溶液 pH 接近 2（用精密 pH 试纸），加 2.5 mL 抗坏血酸，5 mL 缓冲溶液，5.0 mL 邻菲罗啉溶液，用水稀释至刻度，混匀。

4.9.4.2 测定

称取 1 g 试样，精确到 0.000 2 g，加 10 mL 水使之溶解，用盐酸溶液调节溶液 pH 接近 2（用精密 pH 试纸），加 2.5 mL 抗坏血酸，5 mL 缓冲溶液，5.0 mL 邻菲罗啉溶液，用水稀释至刻度，混匀。所呈颜色与标准色比较。

4.10 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法（仲裁法）

4.10.1 原理

同 GB 7686 第 2 章。

4.10.2 试剂和溶液

同 GB 7686 第 3 章。

4.10.3 仪器和装置

同 GB 7686 第 4 章。

4.10.4 分析步骤

4.10.4.1 试样溶液的制备

称取 0.5 g 试样于砷发生器中，用少量水溶解，加 20 mL 盐酸溶液（1+1），加水至体积约 40 mL，加 2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡溶液，搅拌后放置 15 min。

4.10.4.2 试剂空白试验

同 GB 7686 中 5.2 条。

4.10.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取 0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL 2.5 μg/mL 标准溶液，于六只砷发生器中。以下步骤，按 GB 7686 中 5.3.1 条从“……依次加入下列溶液”开始，至“拆下吸收器，……溶液完全混合”为止。

以砷含量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

4.10.4.4 测定

取 5.0 mL DDTCAg 吡啶溶液于 15 球管吸收器内，连接仪器的各部分，静置 15 min。加入 5 g 无砷金属锌于试样溶液的发生器中，立即盖好盖和吸收器，反应约 45 min。移去吸收器，混匀吸收溶液。用分光光度计，在波长 540 nm 处，以空白溶液作参比，测定其吸光度。

4.10.5 分析结果的表述

砷含量 X_7 , 以砷(As)的质量百分数表示, 按式(10)计算:

$$X_7 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中: m_1 ——从标准曲线上查得的试样溶液中砷的含量, mg;

m ——试样的质量, g。

所得结果应表示至四位小数。

4.10.6 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 0.0003%; 不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.0005%。

4.11 砷含量的测定 砷斑法

4.11.1 原理

同 GB 610.1—88 中的第 3 章。

4.11.2 试剂和溶液

同 GB 610.1—88 中的“4 试剂”。

4.11.3 仪器和装置

同 GB 610.1—88 中的“5 仪器和装置”。

4.11.4 分析步骤

称取 0.5 g 试样于定砷器的广口瓶中, 加水溶解并稀释至约 70 mL, 以下操作按照 GB 610.1 中的第 6 章, 从“加入 6 mL 盐酸……”进行操作。

4.12 重金属含量的测定 目视比浊法

4.12.1 原理

在弱酸性介质中, 硫化氢与试样溶液中的硫化氢组重金属生成硫化物沉淀, 重金属含量低时, 形成稳定的暗色悬浮液, 用目视比浊法测定。

4.12.2 试剂和溶液

4.12.2.1 冰乙酸(GB 676);

4.12.2.2 硝酸铅(HG 3—1070);

4.12.2.3 乙酸溶液: $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1 \text{ mol/L}$, 取 57.5 mL 冰乙酸溶于水, 稀释至 1 000 mL;

4.12.2.4 硝酸(GB 626);

4.12.2.5 饱和硫化氢水溶液: 将硫化氢气体通入不含二氧化碳的水中至饱和为止(此溶液在使用前配制);

4.12.2.6 铅标准溶液: 0.01 mg/mL。称取 0.160 g 硝酸铅, 溶于少量水中, 加 1 mL 硝酸, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。吸取 10.0 mL 上述溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。即为 0.01 mg/mL 铅标准溶液。

4.12.3 仪器

通常实验室用仪器和 50 mL 比色管。

4.12.4 分析步骤

4.12.4.1 试样溶液的制备

称取 10 g 试样, 精确到 0.001 g, 用水溶解, 转移到 500 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀, 干过滤。

4.12.4.2 标准浊度的制备

取 2.5 mL 铅标准溶液于 50 mL 比色管中, 用水稀释至 30 mL, 加试样溶液 5.0 mL, 加 1 mL 乙酸溶液及 10 mL 新制备的饱和硫化氢水溶液, 用水稀释至刻度, 混匀, 放置 10 min, 所呈标准浊度。

4.12.4.3 测定

吸取 25.0 mL 试样溶液,于 50 mL 比色管中,另加 5.0 mL 试样溶液,以下按 4.12.4.2 中“加 1 mL 乙酸溶液至放置 10 min”进行操作,所呈浊度与标准比较。

4.13 氧化钾含量的测定 四苯基合硼酸钾重量法

4.13.1 原理

在弱碱性介质中,以四苯基合硼酸钠溶液沉淀试样溶液中的钾离子。

为了防止铵离子和其他阳离子干扰,可预先加入适量的甲醛溶液及乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA)使铵离子与甲醛反应生成六亚甲基四胺,其他阳离子与乙二胺四乙酸二钠络合。

将沉淀过滤、干燥及称重。

4.13.2 试剂和溶液

4.13.2.1 四苯基合硼酸钠(HG 3—1164):15 g/L,取 15 g 四苯基合硼酸钠溶解于约 960 mL 水中,加 4 mL 氢氧化钠溶液(4.13.2.5)和 100 g/L 六水氯化镁(GB 672)溶液 20 mL,搅拌 15 min,静置后用滤纸过滤;该溶液贮存在棕色瓶或塑料瓶中,一般不超过一个月。如发现浑浊,使用前应过滤。

4.13.2.2 四苯基合硼酸钠洗涤液:用十体积的水稀释一体积的四苯基合硼酸钠(4.3.2.1);

4.13.2.3 乙二胺四乙酸二钠盐(GB 1401)溶液:40 g/L;

4.13.2.4 甲醛(GB 685)溶液:约 30%或 37%(m/m);

4.13.2.5 氢氧化钠(GB 629)溶液:400 g/L;

4.13.2.6 酚酞(GB 10729):5 g/L 乙醇溶液,0.5 g 酚酞溶解于 95%(V/V)100 mL 乙醇中。

4.13.3 仪器

通常实验室用仪器和

4.13.3.1 玻璃滤器:滤板编号 4;

4.13.3.2 干燥箱:能控制温度在 $120 \pm 5^\circ\text{C}$;

4.13.4 分析步骤

4.13.4.1 试样溶液的制备

称取预先在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥 2 h 后的约 1.2 g 试样,精确到 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加约 150 mL 水,加热煮沸 30 min,冷却,定量转移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.13.4.2 测定

吸取上述试液(4.3.4.1)25.0 mL,置入 200 mL 烧杯中,加 EDTA 溶液 20 mL(含阳离子较多时可加 40 mL),加 2~3 滴酚酞溶液,滴加氢氧化钠溶液,至溶液红色出现时,再过量 1 mL,加甲醛溶液(按 1 mg 氮加约 60 mg 甲醛计算,即 37%甲醛溶液加 0.15 mL),若红色消失,用氢氧化钠溶液调至红色,在通风柜内加热煮沸 15 min,然后冷却或用流水冷却,若红色消失,再用氢氧化钠溶液调至红色。

在不断搅拌下,将四苯基合硼酸钠溶液(4.3.2.1)逐滴加入试样液中,加入量为每含 1 mg 氧化钾加四苯基合硼酸钠溶液 0.5 mL,并过量约 7 mL,继续搅拌 1 min,静置 15 min,用倾滤法将沉淀过滤于 120°C 下预先恒重的 4 号玻璃滤器内,用洗涤溶液洗涤沉淀和烧杯 5~7 次,每次用量约 5 mL,先后总量不超过 40 mL。最后用水洗涤沉淀 2 次,每次用量为 5 mL。

将盛有沉淀的玻璃滤器置入 $120 \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥箱中,干燥 1.5 h,然后取出,放入干燥器内冷却至室温,称量。

4.13.4.3 空白试验

在测定的同时,按同样的操作步骤,同样试剂、用量、但不含试样进行空白试验。取平行测定结果的算术平均值为空白试验值。

4.13.5 分析结果的表述

氧化钾(以 K_2O 计)的含量 X_8 ,以氧化钾质量百分数表示,按式(11)计算:

$$X_8 = \frac{[(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)] \times 0.1314}{m \times \frac{25}{250}} \times 100$$

$$= \frac{[(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)] \times 131.4}{m} \dots\dots\dots (11)$$

式中： m ——试样质量，g；
 m_1 ——滤器质量，g；
 m_2 ——盛有沉淀的滤器的质量，g；
 m_3 ——空白试验用滤器的质量，g；
 m_4 ——空白试验时过滤后滤器的质量，g；

0.1314——四苯基合硼酸钾质量换算为氧化钾质量的系数。

4.13.6 允许差

- 4.13.6.1 取平行测定结果的算术平均值为测定结果；
 4.13.6.2 平行测定结果的绝对差值不大于 0.40%；
 4.13.6.3 不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.80%。

注：玻璃滤器洗涤时，若沉淀不易洗去，可用丙酮进一步清洗。

5 检验规则

5.1 磷酸二氢钾应由生产厂的质量检验部门检验，生产厂应保证所有出厂的磷酸二氢钾均符合本标准的要求。本标准中质量合格与否，判断采用 GB 1250 国家标准中修约值比较法。每批出厂的磷酸二氢钾都应附有质量证明书。

5.2 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和检验方法对所收到的磷酸二氢钾质量进行检查，检验其指标是否符合本标准的要求。

5.3 磷酸二氢钾按批检验，生产厂以每天生产的产量为一批，用户以接收产品量为一批。

5.4 袋装磷酸二氢钾应按表 2 随机采样：

表 2 磷酸二氢钾袋装采样量

总袋数	采样袋数	总袋数	采样袋数
1~10	全部袋数	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

超过 512 袋，按式(12)计算采样袋数：

$$\text{采样袋数} = 3 \times \sqrt[3]{n} \dots\dots\dots (12)$$

式中： n ——每批磷酸二氢钾总袋数。

按表 2(或式(12)计算)抽出的样品袋数，置于平放位置。从每袋最长对角线插入取样针至袋深 3/4 处，采取代表性的不少于 0.1 kg 样品，每批采样总量不少于 1.0 kg。

5.5 农用小包装应按表 3 随机采样：

表3 农用小包装采样量

总袋数	采样袋数	总袋数	采样袋数
≤25	2	1 201~1 000	8
26~90	3	10 001~35 000	8
91~150	3	>35 000	13
151~1 200	5		

从每个大袋中采取1小袋,将采取小袋样品混合均匀。

5.6 将所采取样品合并在一起充分混匀,用缩分器或四分法缩分至不少于**0.5 kg**,分装于两个清洁、干燥并具有磨口塞的广口瓶或聚乙烯瓶中,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、等级、生产日期或批号,采样日期和采样人姓名,一瓶供检验用,另一瓶作为保留样,供查验用,密封保存二个月。

5.7 如果检验中有一项指标不符合本标准时,应重新自两倍量的包装袋中选取磷酸二氢钾样品进行复验,重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批磷酸二氢钾不能验收。

5.8 如供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,应按国家技术监督局有关规定仲裁。仲裁时,应按本标准规定的检验方法进行。

6 包装、标志、贮存和运输

6.1 磷酸二氢钾包装应按**GB 8569**规定进行,用内衬聚乙烯袋的编织袋包装。包装重量应符合表4的要求:

表4 磷酸二氢钾包装重量的规定 kg

包装规格	包装重量允许差	平均净重允许差
0.5	±0.025	0~0.025
1.0	±0.050	0~0.050
25	±0.25	0~0.25
50	±0.50	0~0.50

6.2 磷酸二氢钾包装袋上应涂刷标志,内容包括:生产厂名称、产品名称、等级、净重、商标、生产日期或批号。

6.3 每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、质量指标、生产日期或批号、净重和本标准编号。

6.4 本产品在贮存和运输中应避免雨淋,堆放的仓库应清洁、干燥。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人刘妙德。