

ICS 71.060.50

CCS G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4510—XXXX

代替 HG/T 4510-2013

工业磷酸氢二钾

Dipotassium hydrogen phosphate for industrial use

征求意见稿

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规定起草。

本文件代替 HG/T 4510—2013《工业磷酸氢二钾》，与 HG/T 4510—2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了“分类”（见第 5 章）；
- b) 更改了外观的描述（见 6.1，2013 年版的 4.1）；
- c) 增加了三水磷酸氢二钾的指标要求（见 6.2）；
- d) 删除了磷酸氢二钾（以 P_2O_5 计）项目及指标要求（见 2013 年版的 4.2）；
- e) 增加了总磷（以 P_2O_5 计）项目及指标要求（见 6.2）；
- f) 增加了干燥减量项目及指标要求（见 6.2）；
- g) 更改了无水磷酸氢二钾中氧化钾的指标要求（见 6.2，2013 年版的 4.2）；
- h) 删除了磷酸氢二钾含量测定中的容量法（见 2013 年版的 5.4.2）；
- i) 增加了干燥减量的测定方法（见 7.5）；
- j) 增加了离子色谱法测定产品中氯化物含量（见 7.7）；
- k) 增加了原子荧光法测定产品中砷含量（见 7.9）；。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

——2013 年首次发布为 HG/T 4510—2013，本次为第一次修订。

工业磷酸氢二钾

1 范围

本文件规定了工业磷酸氢二钾的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本文件适用于工业磷酸氢二钾。

注：该产品主要用作酸碱调节剂、缓冲剂、细菌培养基以及用于生产焦磷酸钾等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23947.2 无机化工产品中砷测定的通用方法 第2部分：砷斑法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($n=0$ 或 3)

相对分子质量：174.17 ($n=0$) 或 228.22 ($n=3$)（按 2022 年国际相对原子质量）

5 分类

工业磷酸氢二钾分为 I 型和 II 型：

- a) I 型为无水产品；
- b) II 型为三水产品。

6 要求

6.1 外观：无色或白色晶体或颗粒。

6.2 工业磷酸氢二钾按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目			指 标	
			I 型	II 型
磷酸氢二钾, w/%	以 K_2HPO_4 计	\geq	98.0	-
	以 $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 计	\geq	-	98.0
总磷（以 P_2O_5 计）		\geq	39.9	30.4
氧化钾（ K_2O ），w/%		\geq	52.9	40.4
干燥减量, w/%			≤ 2.0	22.0~26.0
水不溶物, w/%		\leq	0.02	0.01
氯化物（以 Cl 计），w/%		\leq	0.05	0.04
铁（Fe），w/%		\leq	0.003	
砷（As），w/%		\leq	0.01	
重金属（以 Pb 计），w/%		\leq	0.005	
pH（10 g/L 水溶液）			9.0 ± 0.4	

7 试验方法

警示：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！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

7.1 一般规定

本文件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。

7.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

7.3 磷酸氢二钾含量的测定

7.3.1.1 原理

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形成磷钼酸喹啉沉淀，沉淀经过滤、烘干、称量，计算得出试样的主含量。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.3.2.2 硝酸溶液：1+1。

7.3.2.3 喹钼柠酮溶液。

7.3.3 仪器设备

7.3.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm~15 μm。

7.3.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 180℃±2℃。

7.3.4 试验步骤

7.3.4.1 试验溶液的制备

称取约 1.0 g 试样，精确至 0.0002 g。置于 100 mL 烧杯中，加 50 mL 水和 10 mL 盐酸溶液溶解，全部移入 250 mL 建议 500 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。干过滤后使用(弃去最初 20 mL 滤液)。

7.3.4.2 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，并与试样同时同样进行处理。

7.3.4.3 试验

用移液管移取 10 mL 对应上面定容稀释体积，改为 20 mL 试验溶液和空白试验溶液分别置于 250 mL 烧杯中，加 10 mL 硝酸溶液，加水至总体积约 100 mL，盖上表面皿，在水浴中加热至烧杯内的物质达到 75℃±5℃，加入 50 mL 喹钼柠酮溶液，保温 30 s（加热过程中不得使用明火，加入喹钼柠酮溶液后不得搅拌，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℃±2℃下烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤。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，从温度稳定时计时，在 180℃±2℃下干燥 45 min。取出稍冷后，置于干燥器中冷却至室温，称取质量。

7.3.5 试验数据处理

磷酸氢二钾含量以磷酸氢二钾[K₂HPO₄·nH₂O (n=0 或 3)]计的质量分数 w₁ 计，按公式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times k}{m \times (10/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m₁——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀质量的数值，单位为克（g）；

m₀——空白试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀质量的数值，单位为克（g）；

k——磷钼酸喹啉换算成磷酸氢二钾（K₂HPO₄·nH₂O）的系数，当 n=0 时，k=0.0787；当 n=3 时，

$k=0.1031$;

m ——试料质量的数值，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0.2 %。

7.4 氧化钾含量的测定

7.4.1 原理

在弱碱性介质中，以四苯硼钠溶液沉淀试样中的钾离子。为了防止铵离子和其它阳离子干扰，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，其它阳离子与乙二胺四乙酸二钠络合。沉淀经过滤、干燥、称量，计算氧化钾含量。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 甲醛溶液。

7.4.2.2 盐酸溶液：1+2。

7.4.2.3 四苯硼钠溶液：15 g/L；

7.4.2.4 四苯硼钠洗涤液：1.5 g/L。

7.4.2.5 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液：40 g/L。

7.4.2.6 氢氧化钠溶液：400 g/L。

7.4.2.7 酚酞指示液：10 g/L。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

7.4.3.2 电热恒温干燥箱：能控制温度在 $120\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 试验溶液的制备

称取约1.5 g试样，精确到0.000 2g，置于250 mL烧杯中，加约150 mL水，加热煮沸30 min，冷却，用盐酸溶液调节溶液为 $\text{pH}\approx 5$ （用pH试纸检验），转移至250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.4.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外，其它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。

7.4.4.3 试验

用移液管移取25 mL试验试液和空白试验溶液，分别置于250 mL烧杯中，加20 mL EDTA溶液（含阳离子较多时可加40 mL），加2滴酚酞指示液，滴加氢氧化钠溶液至溶液刚出现红色，再过量1 mL。加0.15 mL甲醛溶液，若红色消失，用氢氧化钠溶液调至红色。在通风橱内加热煮沸15 min，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37 mL四苯硼钠溶液逐滴加入试验溶液中，继续搅拌1 min，静置15 min，用倾泻法将沉淀转移至已预先于 $120\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚内，用四苯硼钠洗涤液洗涤沉淀

和烧杯5次~7次，每次用量约5 mL（总量不超过40 mL）。再用水洗涤沉淀2次，每次用量约5 mL。将盛有沉淀的玻璃砂坩埚置于120 °C ± 5 °C电热恒温干燥箱中干燥1.5 h，取出放入干燥器内冷却至室温，称量。

7.4.5 试验数据处理

氧化钾含量以氧化钾（K₂O）的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.1314}{m \times (25/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 —— 试验溶液中生成的四苯硼钾沉淀质量的数值，单位为克（g）；

m_0 —— 空白试验溶液中生成的四苯硼钾沉淀质量的数值，单位为克（g）；

m —— 试料的质量的数值，单位为克（g）；

0.1314——四苯硼钾换算为氧化钾的系数。

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 0.4 %。

7.5 干燥减量的测定

7.5.1 仪器设备

电热恒温干燥箱：控温范围为105 °C ± 2 °C和180 °C ± 2 °C。

7.5.2 试验步骤

7.5.2.1 I 型产品的测定

快速称取约8 g试样，精确至0.000 2 g。置于已于105 °C ± 2 °C干燥至质量恒定的称量瓶中，在105 °C ± 2 °C的电热恒温干燥箱中干燥4 h。

7.5.2.2 II 型产品的测定

称取约10 g试样，精确至0.000 2 g。置于已于180 °C ± 2 °C干燥至质量恒定的称量瓶中，先于105 °C ± 2 °C的电热恒温干燥箱中干燥2 h，再将电热恒温干燥箱温度设定至180 °C ± 2 °C，干燥至质量恒定。

7.5.3 试验数据处理

干燥减量以质量分数 w_3 计，按公式（3）计算。

$$w_3 = \frac{(m - m_0)}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——试样的质量，单位为克（g）；

m_0 ——干燥后试样的质量，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 0.005 %。

7.6 水不溶物含量的测定

7.6.1 原理

用水溶解试样，经玻璃砂坩埚抽滤、洗涤、干燥、称量，计算水不溶物含量。

7.6.2 仪器设备

7.6.2.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm~15 μm。

7.6.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C±2 °C。

7.6.3 试验步骤

称取约 10 g 试样，精确到 0.001 g，置于 400 mL 烧杯中，加 100 mL 80 °C 的水溶解，用预先在 105 °C ±2 °C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚趁热抽滤，以水洗涤烧杯及玻璃砂坩埚 6 次~8 次，将玻璃砂坩埚与水不溶物置于 105 °C ±2 °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

7.6.4 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

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 ——试料的质量的数值，单位克（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 0.05 %。

7.7 氯化物含量的测定

7.7.1 离子色谱法（仲裁法）

7.7.1.1 原理

试样溶解后，试验溶液中的氟离子、硫酸根和氯离子经阴离子色谱柱交换分离，用抑制型电导检测器检测，根据保留时间定性，以峰高或峰面积定量。

7.7.1.2 试剂或材料

7.7.1.2.1 氯化物标准溶液：10 mL 溶液含氯化物（以 Cl 计）0.10 mg。用移液管分别移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物（以 Cl 计）标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用前配制。

7.7.1.2.2 水：电导率（25 °C）不大于 0.005 5 mS/m。

7.7.1.3 仪器设备

7.7.1.3.1 离子色谱仪，配备如下：

- a) 色谱柱：阴离子分离柱和阴离子保护柱，待测阴离子的分离度不低于 1.5；
- b) 阴离子抑制器；

- c) 电导检测器；
- d) 数据处理系统。

7.7.1.3.2 水性微孔滤膜：孔径不大于 0.45 μm。

7.7.1.3.3 移液管（枪）。

7.7.1.4 试验步骤

7.7.1.4.1 标准曲线的绘制

分别移取0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL氯化物标准溶液，置于5个 100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此系列标准溶液中氯离子的质量浓度分别为0 mg/L、2 mg/L、4 mg/L、6 mg/L、8 mg/L。在最佳仪器条件下（参考的离子色谱条件见附录A），将此系列标准溶液按质量由低至高的顺序依次经过水性微孔滤膜，弃去初始的10 mL滤液，注入离子色谱仪，记录峰高或峰面积。以氯化物的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰高或峰面积为纵坐标绘制标准曲线。

7.7.1.4.2 试验

称取约1 g试样，精确至0.01 g，置于烧杯中，加水溶解，转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。在最佳仪器条件下（参考的离子色谱条件见附录A），将试验溶液经过水性微孔滤膜，弃去初始10 mL滤液，注入离子色谱仪，记录峰高或峰面积。根据峰高或峰面积，从标准曲线查得试验溶液中氟化物、硫酸盐和氯化物的质量浓度（mg/L）。

7.7.1.5 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 w_5 计，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{\rho \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ρ ——试验溶液中氯化物（以Cl计）的质量浓度的数值，单位为毫克/升（mg/L）；

m ——试料的质量的数值，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相对偏差不大于 20 %。

7.7.2 比浊法

7.7.2.1 原理

在酸性介质中，试验溶液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状，与氯化物标准比浊溶液比较，确定试样中氯化物含量。

7.7.2.2 试剂或材料

7.7.2.2.1 硝酸溶液：1+6。

7.7.2.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

7.7.2.2.3 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.010mg。用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.7.2.3 试验步骤

7.7.2.3.1 试验溶液的制备

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.002\text{ g}$ 试样，置于烧杯中，加 50 mL 水溶解试样，加 10 mL 硝酸溶液，转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。当溶液混浊时，进行干过滤。

7.7.2.3.2 试验

用移液管移取 10mL 试验溶液，置于 50 mL 比色管中，加 1mL 硝酸银溶液。用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min 后，试验溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取 5 mL（I 型产品）或 4 mL（II 型产品）氯化物标准溶液，与试验溶液同时同样处理。

7.8 铁含量的测定

7.8.1 原理

同GB/T 3049—2006第3章。

7.8.2 试剂或材料

同GB/T 3049—2006第4章。

7.8.3 仪器设备

同GB/T 3049—2006第5章。

7.8.4 试验步骤

7.8.4.1 试验溶液的制备

称取约5 g试样，精确到0.001 g，置于50 mL烧杯中，用适量水溶解，转移至50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。当溶液混浊时，进行干过滤。

7.8.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外，其它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。

7.8.4.3 工作曲线的绘制

用移液管分别移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL铁标准溶液（相当于铁含量0 mg、0.010 mg、0.020 mg、0.040 mg、0.060 mg、0.080 mg），置于6个100 mL容量瓶中。选用 5 cm比色皿，以下操作按GB/T 3049—2006的规定，从6.3.2条开始，至6.3.4条为止。

7.8.4.4 试验

用移液管移取10 mL试验溶液和空白试验溶液，分别置于100 mL烧杯中，以下操作按GB/T 3049—2006的6.4条，从“有必要，加水至60mL……”开始操作。以水调零，测量试验溶液和空白试验溶液的吸光度。从工作曲线上查得试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

7.8.4.5 试验数据处理

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_6 计，按公式(6)计算：

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m \times 10/50} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_2 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——试料的质量的数值，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0.0003%。

7.9 砷含量的测定

7.9.1 原子荧光法(仲裁法)

7.9.1.1 原理

样品经预处理，其中各种形态的砷均转变成三价砷(As^{3+})，加入硼氢化钾与其反应，生成气态氢化砷，用氢气将气态氢化砷载入原子化器进行原子化，以砷高强度空心阴极灯作激发光源，砷原子受光辐射激发产生荧光，检测原子荧光强度，利用荧光强度在一定范围内与溶液中砷含量成正比的关系计算样品中的砷含量。

7.9.1.2 试剂或材料

7.9.1.2.1 盐酸(优级纯)。

7.9.1.2.2 硝酸(优级纯)。

7.9.1.2.3 盐酸溶液：1+19。

7.9.1.2.4 硝酸溶液：1+4。

7.9.1.2.5 硫脲-抗坏血酸混合溶液。称取10 g硫脲和10 g抗坏血酸溶于200 mL水中，用时现配。

7.9.1.2.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液：称取2.0 g氢氧化钠和10.0 g硼氢化钾于聚乙烯烧杯中，用水溶解并稀释至1000mL，贮存于棕色瓶中，该溶液现用现配。

7.9.1.2.7 砷标准贮备液：0.1 mg/mL。

7.9.1.2.8 砷标准溶液：移取10.00 mL砷标准贮备液于100 mL容量瓶中，加10.0 mL盐酸，用水稀释至刻度，混匀。临用时移取此溶液10.00 mL置于100 mL容量瓶中，加10.0 mL盐酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1.00 mL含1 μ gAs。

7.9.1.3 仪器设备

原子荧光光谱仪：仪器性能指标符合GB/T 21191的规定，并配有砷高强度空心阴极灯。

7.9.1.4 试验步骤

7.9.1.4.1 玻璃仪器的预清洗

实验所用玻璃器皿使用前应于硝酸溶液浸泡 24 h，然后用水冲洗干净备用。

7.9.1.4.2 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 砷标准溶液于五个 100 mL 容量瓶中，分别加入 10 mL 盐酸，20 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此系列溶液中砷的质量浓度分别为 0、10 μg/L、20 μg/L、40 μg/L、80 μg/L。

仪器稳定后，以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂，以盐酸溶液为载流溶液，在仪器最佳工作条件下测定其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标，相对应的砷的质量浓度（μg/L）为横坐标绘制校准曲线或计算回归方程。

注：使用原子荧光光谱仪测定时，所需的硼氢化钾溶液浓度、载流溶液浓度以及砷元素校准曲线线性范围、样品溶液的酸度会因仪器的型号不同而有差异，使用者可根据仪器型号选择最佳测试条件。

7.9.1.4.3 试验

称取适量样品（使所取样品中砷的质量在 0.005 μg~8 μg 之间），精确至 0.000 2 g。置于 100 mL 烧杯中，加 30 mL 水，盖上表面皿煮沸约 1 min，冷至室温后转移至 100 mL 容量瓶中。加入 10 mL 盐酸、20 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 7.8.1.4.2 的步骤进行测定（如有浑浊，使用中速定量滤纸干过滤后测定），由校准曲线查得或回归方程计算出砷的质量浓度的数值。

7.9.1.5 试验数据处理

砷含量砷（As）的质量分数 w_7 计，按公式（7）计算：

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

ρ ——由校准曲线查得或回归方程计算出的砷的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

V ——溶液体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=100$ ）；

m_0 ——样品的质量的数值，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与算术平均值之比不大于 10 %。

7.9.2 砷斑法

称取 0.100 g±0.002 g 试样，置于 100 mL 烧杯中，加 5 mL 盐酸溶液（1+1）溶解，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL 试验溶液，加入 40 mL 水，以下按 GB/T 23947.2—2009 的第 8.2 条操作，试验溶液所产生的砷斑颜色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 1 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷（As）0.001 mg]与试验溶液同时同样处理。

7.10 重金属含量的测定

7.10.1 原理

重金属离子与硫离子在弱酸介质 ($\text{pH} \approx 3 \sim 4$) 中生成有色硫化物沉淀。重金属元素含量较低时, 形成稳定的棕褐色悬浮液, 用目视比色法测定。

7.10.2 试剂或材料

7.10.2.1.1 盐酸溶液: 1+1。

7.10.2.1.2 氨水溶液: 2+3。

7.10.2.1.3 冰乙酸溶液: 1+2。

7.10.2.1.4 饱和硫化氢。

7.10.2.1.5 铅标准溶液: 1 mL 溶液含铅 (Pb) 0.010 mg。用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液现用现配。

7.10.2.1.6 酚酞指示液: 10 g/L。

7.10.3 试验步骤

7.10.3.1 试验溶液的制备

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样, 置于 100 mL 烧杯中, 加 20 mL 水和 5 mL 盐酸溶液溶解试样, 加 1 滴酚酞指示液, 用氨水溶液调节至溶液呈浅红色, 再用盐酸溶液调节至无色, 转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

7.10.3.2 试验

用移液管移取 20 mL 试验溶液, 置于 50 mL 比色管中, 加入 0.5 mL 冰乙酸溶液, 加水至约 30 mL, 加入 10 mL 饱和硫化氢水, 用水稀释至刻度, 摇匀。于暗处放置 10 min, 试验溶液产生的棕褐色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 2 mL 铅标准溶液, 与试验溶液同时同样处理。

7.11 pH 的测定

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样, 置于 150 mL 烧杯中, 加 100 mL 无二氧化碳的水, 搅拌至试样溶解。用已校正过的酸度计进行测定。

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。

8 检验规则

8.1 本文件要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目, 应逐批检验。

8.2 生产企业用相同材料, 在基本相同的生产条件, 连续生产或同一班组生产的同一类型的工业磷酸氢二钾为一批。每批产品不超过 60 t。

8.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方插入至料层深度的四分之三处采样。将所采样品摇匀，用四分法缩分至约 500 g，立即分装入两个干燥、清洁的广口瓶（或塑料袋）中，密封，瓶（袋）上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶（袋）用于检验，另一瓶（袋）保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

8.4 检验结果中如有指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验，复验结果即使有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品为不合格。

8.5 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。

9 标志、标签

9.1 工业磷酸氢二钾包装袋上要有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类型、净含量、批号或生产日期、本文件编号以及 GB/T 191—2008 所规定的“怕晒”和“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的工业磷酸氢二钾都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类型、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 工业磷酸氢二钾采用双层包装，内包装为聚乙烯塑料袋，外包装为塑料编织袋。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。如需特殊包装，供需双方协商。

10.2 工业磷酸氢二钾的包装，内袋用维尼龙绳或其它质量相当的绳两层分别扎紧，或用与其相当的其它方式封口；外袋用维尼龙绳线或其它质量相当的线缝口。

10.3 工业磷酸氢二钾在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋和日晒。

10.4 工业磷酸氢二钾应贮存于阴凉干燥处，防止雨淋和日晒。

附录 A

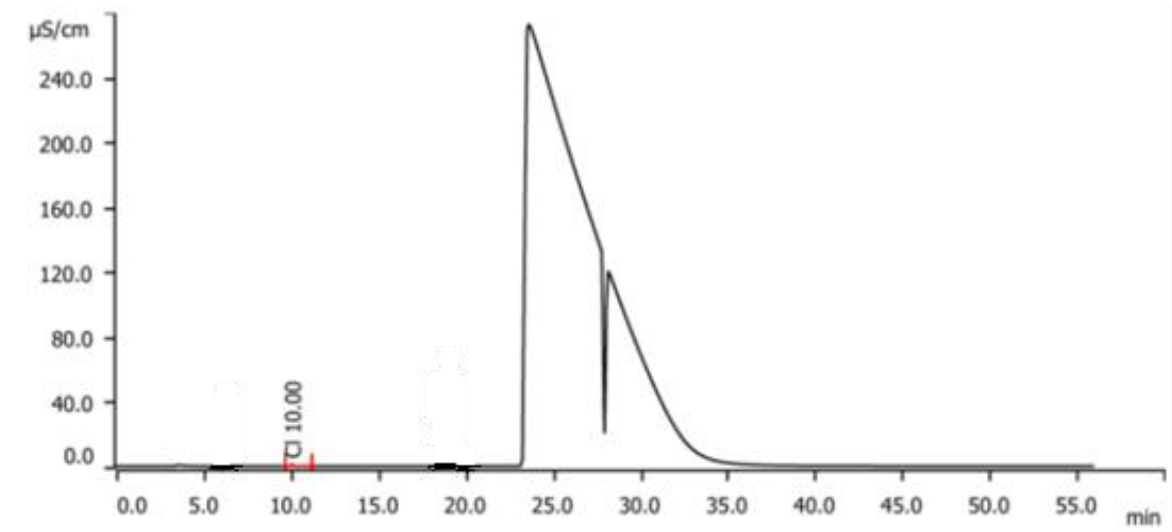
(资料性)

推荐的离子色谱仪操作条件及色谱图

A.1 推荐的离子色谱仪操作条件1见表A.1，对应的离子色谱图见图A.1。

表A.1

项目	操作条件
色谱柱	固定相为亲水聚苯乙烯-二乙烯基苯共聚物，具有季铵盐功能团
淋洗液	碳酸钠8.0 mmol/L+氢氧化钠8.0 mmol/L
淋洗液流速	0.7 mL/min
柱温	30 ℃
阴离子预浓缩柱	固定相为聚甲基苯丙烯酸酯，具有季铵盐功能团
再生液	200 mmol/L硫酸



图A.1 离子色谱图