

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:30105—2011

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4133—2010

---

### 工业磷酸二氢铵

Ammonium dihydrogen phosphate for industrial use

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准主要起草单位:中海油天津化工研究设计院、四川川恒化工股份有限公司、四川龙蟒集团有限责任公司、湖北祥云(集团)化工股份有限公司、湖北兴发化工(集团)股份有限公司、瓮福(集团)有限责任公司、湖北宜化肥业有限公司。

本标准主要起草人:李光明、邹建、杨斌、胡启昌、万金铸、王飞、杨晓勤、陈文静。

本标准为首次发布。

# 工业磷酸二氢铵

## 1 范围

本标准规定了工业磷酸二氢铵的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业磷酸二氢铵,主要用作干粉灭火剂,织物、木材和纸张的阻燃剂,还用作陶瓷、搪瓷和焊药等原料以及植物的营养剂。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780:1997)

GB/T 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法(neq ISO 6353-1:1982)

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(mod ISO 3696:1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10209.1—2008 磷酸一铵、磷酸二铵中总氮含量测定(蒸馏后滴定法)

GB/T 10209.3—2008 磷酸一铵、磷酸二铵中水分的测定

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

## 3 分子式和相对分子质量

分子式:( $\text{NH}_4$ ) $\text{H}_2\text{PO}_4$

相对分子质量:115.03(按2007年国际相对原子质量)

## 4 分类

本标准分为三类。

I类:作为精细磷酸盐,主要适用于纤维加工和染料工业分散剂,搪瓷用釉药,陶瓷防火涂料的配合剂。

II类:主要用作干粉灭火剂,织物、木材和纸张的阻燃剂等。

III类:植物的营养剂及其他。

## 5 要求

5.1 外观:无色或白色晶体或粉末。

5.2 工业磷酸二氢铵应符合表1要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	I类	II类	III类
主含量〔以(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> 计〕w/%	≥ 98.5	98.0	96.0
主含量(以 P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 计)w/%	≥ 60.8	60.5	59.2
总氮(以 N 计)w/%	≥ 11.8	11.5	11.0
砷(As)w/%	≤ 0.005	—	—
氟化物(以 F 计)w/%	≤ 0.02	—	—
硫酸盐(以 SO <sub>4</sub> 计)w/%	≤ 0.9	1.2	—
水分 w/%	≤ 0.5	0.5	1.0
水不溶物 w/%	≤ 0.1	0.3	0.6
pH 值(10 g/L 溶液)	4.2~4.8	4.0~5.0	4.0~5.0

## 6 试验方法

### 6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。部分试剂易燃,操作时应避免明火。

### 6.2 一般规定

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—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。

### 6.3 外观检验

在自然光条件下,用目视法判别。

### 6.4 主含量的测定

#### 6.4.1 方法提要

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,计算得出试样中磷酸二氢铵含量。

#### 6.4.2 试剂

6.4.2.1 硝酸溶液:1+1;

6.4.2.2 喹钼柠酮溶液。

#### 6.4.3 仪器、设备

6.4.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm;

6.4.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 180 °C ± 5 °C。

#### 6.4.4 分析步骤

##### 6.4.4.1 试验溶液的制备

称取 1.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加少量水溶解,移入 500 mL 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)。

##### 6.4.4.2 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。

##### 6.4.4.3 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液和空白试验溶液分别置于 250 mL 烧杯中,加 5 mL 硝酸溶液,加水至总体积约 100 mL,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 °C ± 5 °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 次~4 次,用预先在  $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  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  $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥 45 min。取出稍冷后,置于干燥器中冷却至室温,称量。

#### 6.4.5 结果计算

主含量以磷酸二氢铵 $[(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4]$ 的质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = 1.6216w_2 \dots\dots\dots (1)$$

主含量以五氧化二磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )的质量分数  $w_2$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.03207}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$ ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——空白试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g);

1.6216——五氧化二磷换算成磷酸二氢铵的系数;

0.03207——磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

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 0.2%。

#### 6.5 氮含量测定

按 GB/T 10209.1—2008 第 6 章规定进行测定并计算。

#### 6.6 硫酸盐含量的测定

##### 6.6.1 方法提要

试样中的硫酸根在弱酸性介质中与氯化钡反应,生成硫酸钡白色沉淀,将沉淀通过玻璃砂坩埚过滤,在电热恒温干燥箱中烘至质量恒定,称量。

##### 6.6.2 试剂

6.6.2.1 盐酸溶液:1+1;

6.6.2.2 氨水溶液:1+1;

6.6.2.3 氯化钡溶液:25 g/L;

6.6.2.4 硝酸银溶液:17 g/L;

6.6.2.5 甲基红指示液:1 g/L。

##### 6.6.3 仪器、设备

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

6.6.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在  $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

##### 6.6.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确到 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸溶液和 100 mL 水,加热煮沸 10 min,趁热用中速滤纸过滤于 400 mL 烧杯中,用水洗涤滤液约 200 mL,加 2 滴甲基红指示液,用氨水溶液或滴加盐酸溶液至橙色,再过量 3 mL 盐酸溶液,加热至沸。在不断搅拌下滴加 30 mL 氯化钡溶液。再加热至沸,在沸水浴中保温 1 h。用预先在  $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚以倾析法过滤,用热水在烧杯中洗涤沉淀 3 次。将沉淀全部转移到玻璃砂坩埚内。继续用热水洗涤沉淀和玻璃砂坩埚内壁,洗涤至每 5 mL 滤液中加 1 滴硝酸银溶液后不产生浑浊为止。然后将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电热恒温干燥箱中,在  $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥至质量恒定。

##### 6.6.5 结果计算

硫酸盐以硫酸根( $\text{SO}_4$ )的质量分数  $w_3$  计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$\omega_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.4116}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_1$ ——玻璃砂坩埚和沉淀的质量的数值,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,单位为克(g);

0.4116——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

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0.02%。

## 6.7 砷含量的测定

称取0.5 g±0.001 g试样,置于100 mL烧杯中,加20 mL水和1+1盐酸溶液5 mL,样品溶解后,全部转移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取10 mL试验溶液置于测砷瓶中,加水至总体积约40 mL,按GB/T 610—2008中的4.1.3条规定测定。

标准溶液是用移液管移取2.5 mL[1 mL溶液含有(As)1 μg]的砷标准溶液,与试样同时同样处理。

## 6.8 氟化物含量测定

### 6.8.1 方法提要

试样溶解后,在pH 5.5~6.0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定电极,用工作曲线法测定氟含量。

### 6.8.2 试剂

6.8.2.1 盐酸溶液:1+4。

6.8.2.2 硝酸溶液:1+15。

6.8.2.3 氢氧化钠溶液:100 g/L。

6.8.2.4 缓冲溶液:溶解370 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( $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于800 mL水中,然后用水稀释到1000 mL,摇匀。

6.8.2.5 氟化物标准溶液:1 mL含有氟(F)0.010 mg。

用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2配制的氟标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.2.6 溴甲酚绿指示液:1 g/L。

### 6.8.3 仪器

6.8.3.1 氟离子选择电极;

6.8.3.2 饱和甘汞电极。

### 6.8.4 分析步骤

#### 6.8.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL氟化物标准溶液,分别置于六个50 mL容量瓶中,各加1 mL盐酸溶液、5滴缓冲溶液、2滴溴甲酚绿指示液。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。将溶液倒入干燥的50 mL烧杯中,置于电磁搅拌器上,放入搅拌子,插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极,连接电位计接线,搅拌片刻,调整电位计零点,记录平衡时的电位值。以氟离子浓度的对数值为横坐标,相应的电位值为纵坐标,绘制工作曲线。

#### 6.8.4.2 测定

称取约1 g试样,精确到0.001 g,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取25 mL试验溶液,置于50 mL容量瓶中,以下操作按6.8.4.1“加1 mL盐酸溶液……记录平衡时的电位值”,根据测定电位值从工作曲线上查出相应的氟离子浓度对数值,求反对数得到氟离子

浓度。

### 6.8.5 结果计算

氟化物以氟(F)的质量分数  $w_4$  计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(\rho \times 50) \times 10^{-3}}{m \times (25/100)} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$\rho$ ——试验溶液中的氟离子质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——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 0.000 5 %。

### 6.9 水分含量的测定

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,按 GB/T 10209.3—2008 中第 3.2 条测定并计算。

### 6.10 水不溶物含量的测定

#### 6.10.1 仪器

6.10.1.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ ;

6.10.1.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

#### 6.10.2 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水,加热溶解。趁热用已于 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤 10 次,每次用水约 20 mL。将玻璃砂坩埚连同水不溶物一并置于 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

#### 6.10.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数  $w_5$  计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

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 0.01 %。

### 6.11 pH 值的测定

#### 6.11.1 仪器

酸度计:精度 0.02 pH 单位。

#### 6.11.2 分析步骤

称取 1.00 g  $\pm$  0.01 g 试样,置于 150 mL 烧杯中,用 100 mL 不含二氧化碳的水溶解,在室温下用酸度计测定溶液的 pH 值。

## 7 检验规则

7.1 本标准要求中所列指标项目均为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的工业磷酸二氢铵为一批,每批产品不得大于 60 t。

7.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于 400 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

- 7.4 生产厂应保证所有出厂的工业磷酸二氢铵产品都符合本标准要求。
- 7.5 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。
- 7.6 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。

## 8 标志、标签

- 8.1 工业磷酸二氢铵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、净含量、类别、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志。
- 8.2 每批出厂的工业磷酸二氢铵都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、类别、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。

## 9 包装、运输、贮存

- 9.1 工业磷酸二氢铵应采用双层包装。内包装用聚乙烯薄膜的袋,内袋采用热合或人工扎口;外包装为塑料编织袋,外袋应牢固缝合。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。用户有特殊要求,供需协商。
- 9.2 工业磷酸二氢铵在运输过程中防止雨淋、日晒。
- 9.3 工业磷酸二氢铵应贮存于干燥通风的库房内,并需加垫层,防止受潮。