

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2321—XXXX
代替 HG 2321-1992

肥料级磷酸二氢钾

Fertilizer grade potassium dihydrogen phosphate

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(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

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会磷复肥分技术委员会（SAC TC105 SC3）归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

肥料级磷酸二氢钾

1 范围

本标准规定了肥料级磷酸二氢钾的技术要求、试验方法、检验规则以及包装、标识、贮存和运输。本标准适用于农业用的磷酸二氢钾。该产品：农业上作为肥料。

分子式： KH_2PO_4

相对分子质量：136.08（按2014年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 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 3050 无机化工产品中氯化物含量测定

GB/T 6678-2003 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 8569-2009 固体化学肥料包装

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 23349—2009 肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标

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

3 要求

3.1 外观：白色、微黄色结晶或粉末，无机械杂质。

3.2 肥料级磷酸二氢钾应符合下表1要求。

表1 肥料级磷酸二氢钾的技术指标 % (m/m)

| 项目 | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
|---|---------|-----------|-----------|
| 磷酸二氢钾(KH_2PO_4 以干基计)含量 | ≥ 98.0 | 96.0 | 92.0/94.0 |
| 氧化钾(K_2O 以干基计) | ≥ 33.8 | 33.2/31.5 | 31.8/29.5 |
| 水分 | ≤ 0.5 | 1.0 | 1.5 |
| 氯化物(以Cl计) | ≤ 1.0 | 1.5 | 2.0/3.0 |
| 水不溶物 | ≤ 0.3 | 0.4 | 0.5 |
| pH值 | 4.3~4.9 | | |

| | | |
|-----------------------|---|--------|
| 砷及其化合物的质量分数(以 As 计)/% | ≤ | 0.0050 |
| 镉及其化合物的质量分数(以 Cd 计)/% | ≤ | 0.0010 |
| 铅及其化合物的质量分数(以 Pb 计)/% | ≤ | 0.0200 |
| 铬及其化合物的质量分数(以 Cr 计)/% | ≤ | 0.0500 |
| 汞及其化合物的质量分数(以 Hg 计)/% | ≤ | 0.0005 |

注1:表1中砷、镉、铅、铬、汞及其化合物的指标只作为型式检验项目, 正常情况每半年或是三个月分析一次, 初次生产、重大工艺改变或是长期停产后恢复生产时必须检测型式检验项目。

4 试验方法

4.1 安全提示

本实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! 如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗, 严重者应立即治疗。使用挥发性有机试剂时应在通风橱中进行, 并防止与明火接触。

4.2 一般规定

本标准所用试剂和水, 在没有注明其它要求时, 均指分析纯试剂和GB/T 6682 2008中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其它要求时, 均按GB 601、GB 602、GB 603之规定制备。

4.3 外观判别

在自然光条件下, 用目视法进行判别。

4.4 磷酸二氢钾含量的测定

4.4.1 磷钼酸喹啉重量法(仲裁法)

4.4.1.1 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, 过滤、干燥、称量, 计算出磷酸二氢钾含量。

4.4.1.2 试剂和材料

4.4.1.2.1 硝酸溶液: 1+1。

4.4.1.2.2 喹钼柠酮溶液的配制。

溶液a: 称取70g钼酸钠溶解于100mL水中。

溶液b: 称取60g柠檬酸溶解于150mL水和85mL硝酸中。

溶液c: 在搅拌下将溶液a倒入溶液b中。

溶液d: 在100mL水中加入35mL硝酸和5mL喹啉。

溶液e: 将溶液d倒入溶液c中, 放置12h后, 用玻璃砂坩埚过滤, 再加入280mL丙酮, 用水稀释至1000mL, 混匀。并贮存于聚乙烯瓶中, 置于暗处, 避光避热。

4.4.1.3 仪器、设备

4.4.1.3.1 玻璃砂坩埚: 孔径为 5~15 μ m。

4.4.1.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $105\pm 2^\circ\text{C}$ 和 $180\pm 5^\circ\text{C}$ 。

4.4.1.4 分析步骤

4.4.1.4.1 试验溶液的制备

称取预先在 $105\pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥 2h 后的 1g 试样（精确至 0.0002g），置于 100mL 烧杯中，加入 50mL 水溶解，移入 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.4.1.4.2 试验空白溶液的制备

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。

4.4.1.4.3 测定

用移液管移取 10mL 试验溶液和试验空白溶液分别置于 250mL 烧杯中，加入 10mL 硝酸溶液，加水至总体积约 100mL，加入 50mL 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 30s（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，用预选在 $180\pm 5^\circ\text{C}$ 下烘干至恒重的玻璃砂坩埚抽滤。先将上层清液过滤，用倾泄法洗涤沉淀 6 次，每次用水约 30mL，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湿度稳定时计时，在 $180\pm 5^\circ\text{C}$ 下干燥 45min，取出稍冷后，置于干燥器中冷却至室温，称量。

4.4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示磷酸二氢钾（以 KH_2PO_4 计）含量 (X_1) 按式 (1) 计算：

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.0615}{m \times 10/250} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量，g；

m_2 试验空白溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量，g；

m 试样质量的数值，g；

0.0615 磷钼酸喹啉沉淀换算成磷酸二氢钾质量的系数。

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 0.3%。

4.4.2 容量法

4.4.2.1 方法提要

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试验溶液，用酸度计指示终点，计算出磷酸二氢钾含量。

4.4.2.2 试剂和材料

4.4.2.2.1 氯化钠。

4.4.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 1\text{mol/L}$ 。

4.4.2.3 仪器、设备

4.4.2.3.1 酸度计：配有玻璃电极和饱和甘汞电极（或复合电极），分度值为0.02pH单位。

4.4.2.3.2 电磁搅拌器：配有搅拌转子。

4.4.2.4 分析步骤

4.4.2.4.1 试验样品的分析

称取预先在105~110℃下干燥2h后的1g试样（精确至0.0002g），置于250mL烧杯中，加入80mL水溶解试样，加5g氯化钠，置于电磁搅拌器上，放入搅拌转子，搅拌至完全溶解。将已校准酸度计的电极放入试验溶液中，用酸度计指示终点，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试验溶液pH为9.1即为终点。

4.4.2.4.2 试验空白溶液的分析

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。

4.4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示磷酸二氢钾（以 KH_2PO_4 计）含量（ X_2 ）按式（2）计算：

$$X_2 = \frac{cM \times [(V_2 - V_1)/1000]}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_1 滴定试验溶液时消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，mL；

V_2 滴定空白试验溶液时消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，mL；

c 氢氧化钠标准溶液浓度的准确数值，mol/L；

m 试样质量的数值，g；

M 磷酸二氢钾（ KH_2PO_4 ）摩尔质量的数值，g/mol（ $M=136.08$ ）。

4.4.2.6 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0.3%。

4.5 氧化钾含量的测定

4.5.1 四苯硼酸钾重量法（仲裁法）

4.5.1.1 方法提要

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。为了防止其他阳离子干扰，可预先加入乙二胺四乙酸二钠盐（EDTA）络合掩蔽。将所得沉淀过滤、干燥及称重。

4.5.1.2 试剂和材料

4.5.1.2.1 四苯基合硼酸钠（HG3-1164）：15g/L。

取1.5g四苯基合硼酸钠溶解于约960mL水中，加4mL氢氧化钠溶液（4.5.1.2.4）和100g/L六水氯化镁（GB 672）溶液20mL，搅拌15min。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。

4.5.1.2.2 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（4.5.1.2.1）。

4.5.1.2.3 乙二胺四乙酸二钠盐（GB 1401）溶液：40g/L。

4.5.1.2.4 氢氧化钠（GB 629）溶液：400g/L。

4.5.1.2.5 酚酞(GB1 0729): 5g/L 乙醇溶液, 0.5g 酚酞溶解于 95%(V/V) 100mL 乙醇中。

4.5.1.3 仪器、设备

一般实验室仪器和以下仪器。

4.5.1.3.1 玻璃滤器: G_4 。

4.5.1.3.2 干燥箱: 能控制温度在 $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

4.5.1.4 分析步骤

4.5.1.4.1 试样溶液的制备

称取预先在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥 2h 后的约 1.2g 试样, 精确到 0.0002g, 置于 300 烧杯中, 加约 150mL 水, 加热煮沸 30min, 冷却, 定量转移到 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.5.1.4.2 测定

吸取上述试液(4.5.1.4.1) 25.00mL, 置入 200mL 烧杯中, 加 EDTA 溶液 20mL (含阳离子较多时可加 40mL), 加 2~3 滴酚酞溶液, 滴加氢氧化钠溶液至溶液为粉红色, 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(4.5.1.2.1) 逐滴加入试样液中, 加入量为每含 1mg 氧化钾加四苯基合硼酸钠溶液 0.5mL, 并过量约 7mL, 继续搅拌 1min, 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, 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 1.5h, 然后取出, 放入干燥器内冷却至室温称量。

4.5.1.4.3 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。

4.5.1.5 分析结果表示

氧化钾(以 K_2O 计)的含量 X_3 , 以氧化钾质量百分数表示, 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{0.1314 \times [(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)]}{m \times \frac{25}{250}} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m 试样的质量, g;

m_1 滤器的质量, 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。

4.5.1.6 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0.4%；不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.80%。

玻璃滤器洗涤时，若沉淀不易洗去，可用丙酮进一步清洗。

4.5.2 温度滴定法

4.5.2.1 方法提要

四苯硼钠与钾离子生成四苯硼酸钾沉淀是明显的放热化学反应，四苯硼钠以固定速度加到反应杯中，高灵敏的温度探头可以测到化学反应的由于放热造成的温度升高，在滴定终点，放热曲线会有明显的折点。我们通过计算放热曲线的二阶导数顶点值来求得滴定终点体积。

4.5.2.2 试剂和材料

4.5.2.2.1 四苯基合硼酸钠(HG3-1164)：15g/L。

取1.5g四苯基合硼酸钠溶解于约960mL水中，加4mL氢氧化钠溶液(4.5.2.2.4)和100g/L六水氯化镁(GB 672)溶液20mL，搅拌15min，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。

4.5.2.2.2 氯化钾溶液：0.2mol/L。

用氯化钾基准试剂配成0.2mol/L的溶液。

4.5.2.2.3 氢氧化钠(GB 629)溶液：10mol/L。

4.5.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和以下仪器。

4.5.2.3.1 温度测定仪：859。

4.5.2.3.2 温度电极：800。

4.5.2.3.3 加液单元：20mL。

4.5.2.3.4 加液驱动器。

4.5.2.3.5 螺旋搅拌器：802。

4.5.2.4 分析步骤

4.5.2.4.1 四苯硼酸钠标准溶液的滴定

取1mL, 2mL, 4mL, 6mL, 8mL氯化钾溶液(4.5.2.2.2)，加入2mL10mol/L氢氧化钠，用未知浓度的四苯硼酸钠溶液滴定至终点。

用所取5个氯化钾溶液的mmol(X轴)对滴定剂消耗体积mL(Y轴)做线性回归，并绘图。绘制方程 $y=ax+b$ 的曲线，滴定剂四苯硼酸钠的摩尔浓度 c 是“ $1/a$ ”。

4.5.2.4.2 空白体积的测定

精密称取一定质量(约2g)的磷酸二氢钾待测样品粉末于300mL烧杯中，加入200mL纯净水，加盖表面皿，电热板上煮沸至液体剩余60mL，用漏斗转移至250mL容量瓶，定容。过滤，弃去初滤液后取5mL, 10mL, 15mL, 20mL, 25mL样品，加入2mL 10mol/L氢氧化钠，用经标定后的四苯硼酸钠溶液滴定至终点。

用所取5个分析样的体积mL(X轴)对滴定剂消耗体积mL(Y轴)做线性回归，并绘图。绘制方程 $y=a_1x+b_1$ 的曲线，方法空白值就是截距“ b_1 ”。

4.5.2.4.3 样品溶液的滴定

取4.5.2.4.2中一定体积V的待测磷酸二氢钾样品溶液，加入2mL 10 mol/L氢氧化钠，用经标定后的四苯硼酸钠溶液滴定至终点。

4.5.2.5 分析结果表示

氧化钾(以 K_2O 计)的含量 X_4 ，以氧化钾质量百分数表示，按式(4)计算

$$X_4 = \frac{94.196 \times (V_1 - V_0) \times 0.25 \times c}{2m \times V} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- m 试样的质量，g；
- V 量取待分析样品的体积，mL；
- V_1 样品滴定的终点体积，mL；
- V_0 方法空白体积，4.5.2.4.2中的截距“ b_1 ”，mL；
- c 四苯硼酸钠滴定剂的浓度，mol/L；
- 2 一个 K_2O 中所含钾离子的个数；
- 94.196 K_2O 分子量，g/mol；
- 0.25 分析样品定容的体积，L。

4.5.2.6 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0.4%；不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.80%。

4.6 水分的测定 干燥失重法

4.6.1 方法提要

在一定温度下，将试样烘干至恒重，以试样减少的质量，计算出水分。

4.6.2 仪器

通常实验室仪器和以下仪器。

- 4.6.2.1 称量瓶：具有磨口盖，直径50mm，高30mm扁形瓶。
- 4.6.2.2 干燥箱：能控制温度在105~110℃。

4.6.3 分析步骤

称取5g试样(精确至0.001g)置于预先在105~110℃下烘干至恒重的称量瓶中，将称量瓶放置于105~110℃烘箱中，烘至恒重。

4.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分 X_5 按式(5)计算：

$$X_5 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- m_1 干燥后试料的质量，g；

m 试料的质量, g;

4.6.5 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0.01%。

4.7 氯化物含量的测定

4.7.1 电位滴定法(仲裁法)

4.7.1.1 方法提要

同GB 3050第2章。

4.7.1.2 试剂和材料

同GB 3050第4章。

4.7.1.3 仪器、设备

同GB 3050。

4.7.1.4 分析步骤

4.7.1.4.1 硝酸银标准滴定溶液的标定

准确吸取5.0mL 0.01mol/L氯化钾标准溶液于100mL烧杯中,加5mL硝酸溶液(1+1),用水稀释至50mL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,矫正仪器零点。用微量滴定管加入4mL0.01mol/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0.10mL,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(ΔE1)及二次ΔE1的差值(ΔE2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ΔE1值所消耗的硝酸银标准滴定溶液。

再取10.0mL 0.01mol/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4mL改为9mL外,其他操作与滴定5.0mL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(6)计算:

$$V = V_0 + V_1 \frac{b}{B} \dots \dots \dots (6)$$

式中:

V_0 得到最大ΔE1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 ΔE2最后一次正值;

B ΔE2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(7)计算:

$$c = c_1 \frac{5}{V_2 - V_3} \dots \dots \dots (7)$$

式中:

c_1 氯化钾标准溶液的浓度, mol/L;

- V_2 相当于10mL氯化钾标准溶液的体积, mL;
 V_3 相当于5mL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。

4.7.1.4.2 测定

称取约0.01g试样(氯含量不超过1.5mg), 精确到0.0002g, 于100mL烧杯中, 加50mL水溶解, 加5mL硝酸溶液(1+1), 放入铁芯搅拌棒, 以下按“4.7.1.4.1”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。

4.7.1.4.3 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(8)计算:

$$V_5 = 2V_3 - V_2 \dots\dots\dots (8)$$

式中: V_2 和 V_3 与4.7.1.4.1中叙述相同。

4.7.1.5 分析结果表示

氯化物含量 X_6 , 以氯(Cl)的质量百分数表示, 按式(9)计算:

$$X_6 = \frac{(V_4 - V_5) * c * 0.03545}{m} \times 100 = \frac{c(V_4 - V_5) \times 3.545}{m} \dots\dots\dots (9)$$

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;
 0.03545 与1.00mL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。

4.7.1.6 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0.01%。

4.7.2 氯化物含量的测定 目视比浊法

4.7.2.1 方法提要

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体, 使溶液混浊, 再与氯化银标准比浊溶液比较, 确定试样中氯化物含量。

4.7.2.2 试剂和材料

- 4.7.2.2.1 硝酸银溶液: 17g/mL。
 4.7.2.2.2 硝酸溶液: 1+6。
 4.7.2.2.3 氯化物标准溶液: 1mL含0.01mg Cl。

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

4.7.2.3 分析步骤

4.7.2.3.1 试验溶液的制备

称取0.05g试样（精确至0.0002g），置于烧杯中，加50mL水溶解，加10mL硝酸溶液，并转移到100mL容量瓶中，摇匀。当溶液混浊时，进行干过滤。

4.7.2.3.2 测定

用移液管移取10mL试验溶液（优等品）或7.5mL试验溶液（一等品）或5mL试验溶液（合格品），置于50mL比色管中，加1mL硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置10min后，试验溶液的混浊不应大于氯化物标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取5mL氯化物标准溶液，与试样溶液同时同样处理。

4.8 水不溶物含量的测定 重量法

4.8.1 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。

4.8.2 仪器、设备

一般实验室仪器和以下仪器

4.8.2.1 玻璃滤器：G₄。

4.8.2.2 干燥箱能控制温度在105~110℃。

4.8.3 分析步骤

称取10g试样，精确到0.0002g，置于400mL烧杯中，加100毫升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。

4.8.4 分析结果表示

水不溶物的含量 X_7 ，以水不溶物的质量百分数表示，按式（10）计算：

$$X_7 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

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_3 试样的质量，g。

4.8.5 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0.05%，不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.10%。

4.9 pH值的测定 电位测定法

4.9.1 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3g/L溶液的pH值。

4.9.2 试剂和溶液

4.9.2.1 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。

4.9.2.2 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3.40g磷酸二氢钾溶于大约400mL水中；另称取3.55g磷酸氢二钠溶于约400mL水中；将这两种溶液转移到1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液贮存在密闭容器内，在25℃下此缓冲溶液的pH值为6.860磷酸二氢钾和磷酸氢二钠需在120±10℃下干燥2h。

4.9.2.3 邻苯二甲酸氢钾 [$c(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K})=0.05\text{mol/L}$] 缓冲溶液。

称取10.21g于110℃下干燥1h的邻苯二甲酸氢钾，溶于水并转移到1000 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 $c(\text{C}_8\text{H}_4\text{CO}_2\text{HCO}_2\text{K})$ 为0.05mol/L，在25℃下pH值为4.01。

4.9.3 仪器

一般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。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 试样溶液的制备

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

4.9.4.2 酸度计的校正

用缓冲溶液(4.9.2.2与4.9.2.3)，按酸度计使用说明书校正酸度计。

4.9.4.3 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。

4.9.5 分析结果的表示

磷酸二氢钾溶液的pH值，以pH值表示。

4.10 砷、镉、铅、铬、汞含量测定

按GB/T 23349 2009进行测定。

5 检验规则

5.1 检验类别及检验项目

产品检验为出厂检验，检验项目为第3章中的全部项目。

5.2 组批

产品按批检验，以一天或两天的产量为一批，最大批量为150吨。

5.3 采样方案

5.3.1 袋装产品

不超过512袋时，按表2确定采样袋数；大于512袋时，按式（11）计算结果确定最少采样袋数，如遇小数，则进为整数。

$$\text{最少采样袋数} = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (11)$$

式中：

N 每批产品总袋数。

表2 采样袋数的确定

| 总袋数 | 最少采样袋数 | 总袋数 | 最少采样袋数 |
|---------|--------|---------|--------|
| 1~10 | 全部 | 182~216 | 18 |
| 11~49 | 11 | 217~254 | 19 |
| 50~64 | 12 | 255~296 | 20 |
| 65~81 | 13 | 297~343 | 21 |
| 85~101 | 14 | 344~394 | 22 |
| 102~125 | 15 | 395~450 | 23 |
| 126~151 | 16 | 451~512 | 24 |
| 152~181 | 17 | | |

按表2或式（11）计算结果随机抽取一定袋数，用取样器沿每袋最长对角线插入至袋的3/4处，每袋取出不少于100g样品，每批采取样品总量不少于1Kg。

5.3.2 小包装

小包装按表3确定采样袋数。

表3 小包装采样袋数确定

| 总袋数 | 采样袋数 | 总袋数 | 采样袋数 |
|----------|------|-------------|------|
| ≤25 | 2 | 1201~10000 | 8 |
| 26~90 | 3 | 10001~35000 | 8 |
| 91~150 | 3 | >35000 | 13 |
| 151~1200 | 5 | | |

从每个大袋中采取1小袋，将采取小袋样品混合均匀。

5.4 样品缩分与试样制备

5.4.1 样品缩分

将采取的样品迅速混匀，用缩分器或四分法将样品缩分至不少于0.5Kg，再缩分成两份，分装于两个洁净、干燥的500mL具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中（生产企业可用洁净、干燥的塑料自封袋盛装样品），密封并贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、产品等级、生产日期或批号、取样日期和取样人姓名，一瓶做产品质量分析，一瓶保存两个月，以备查用。

5.4.2 试样制备

由5.4.1中取一瓶样品，经多次缩分后取出约100g样品，迅速研磨至全部通过0.50mm孔径试验筛，混匀，置于洁净、干燥的瓶中，做成分分析。

5.5 结果判定

5.5.1 本标准中产品质量指标合格判定，采用GB/T 8170 2008中“修约值比较法”。

5.5.2 出厂检验项目全部符合本标准要求时，判该批产品合格。

5.5.3 如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，应重新自二倍量的包装袋中采取样品进行检验，重新检验结果中，即使有一项指标不符合本标准要求，判该批产品不合格。

6 标识

产品包装容器正面标明产品名称、产品等级、商标、本标准号、磷酸二氢钾含量、净含量、生产企业名称和地址及联系电话，其余执行GB 18382。

7 包装、运输、贮存

7.1 产品包装按GB 8569 2009规定进行，用内衬聚乙烯袋的编织袋包装（小于5Kg的产品可直接用聚乙烯塑料袋包装后，装入编织袋或其他容器中）。

产品每袋净含量（ 50 ± 0.5 ）Kg、（ 25 ± 0.25 ）Kg、（ 10 ± 0.15 ）Kg、（ 5 ± 0.1 ）Kg、（ 1 ± 0.05 ）Kg、（ 0.5 ± 0.025 ）Kg，平均每袋净含量不低于50.0Kg、25.0Kg、10.0Kg、5.0Kg、1.0Kg、0.5Kg。

7.2 产品应贮存于阴凉、清洁、干燥处，在贮存和运输过程中应防雨、防潮、防晒、防破裂。
