

## 附件 2

# 2 项行业标准修改通知单

HG/T 2321-2016

《肥料级磷酸二氢钾》

第 1 号修改单

---

a. 4.9.1 更改数值：

“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”  
更改为“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 30 g /L 溶液的 pH 值”。

b. 4.9.3.1 更改数值：

“酸度计：带有玻璃电极、甘汞电极，灵敏度为 0.1pH 单位”更改为“酸度计：带有玻璃电极、甘汞电极，灵敏度为 0.01pH 单位”。

---

ICS 65.080  
G 21  
备案号: 56413—2016

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2321—2016

代替 HG 2321—1992

## 肥料级磷酸二氢钾

Fertilizer grade potassium dihydrogen phosphate

2016-10-22 发布

2017-04-01 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。

本标准代替 HG 2321—1992《磷酸二氢钾》。与 HG 2321—1992 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了优等品等级，增加了水溶性五氧化二磷含量、氯化物含量、水不溶物含量、重金属含量要求（见 3.2）；
- 修改了氧化钾含量、水分含量、pH 值要求（见 3.2，1992 年版的 3.2）；
- 将磷酸二氢钾含量、氧化钾含量等技术指标由以干基计修改为以湿基计（见 3.2，1992 年版的 3.2）；
- 删除了磷酸二氢钾含量测定容量法（见 1992 年版的 4.2）；
- 增加了 400 g、200 g、100 g、50 g 包装规格（见 7.1）；
- 增加了氧化钾含量的测定——温度滴定法的资料性附录（见附录 A）。

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：上海化工研究院、中化重庆涪陵化工有限公司、金正大生态工程集团股份有限公司、上海天科化工检测有限公司、中化化肥有限公司。

本标准主要起草人：董学胜、郑义文、胡兆平、刘婉卿、黄富林、张营、胡满川、许欢、张治平。

本标准于 1992 年 6 月首次发布，本次为第一次修订。

# 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要求，试验方法，检验规则，标识以及包装、运输和贮存。  
本标准适用于农业用的磷酸二氢钾肥料产品。

## 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/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

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 8569 固体化学肥料包装

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 23349 肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标

HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析常用标准溶液、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同时符合表1和标明值的要求。

表 1 肥料级磷酸二氢钾的要求

项    目	等    级		
	优等品	一等品	合格品
磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )的质量分数/%	$\geq$ 98.0	96.0	94.0
水溶性五氧化二磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )的质量分数/%	$\geq$ 51.0	50.0	49.0
氧化钾( $\text{K}_2\text{O}$ )的质量分数/%	$\geq$ 33.8	33.2	30.5
水分/%	$\leq$ 0.5	1.0	1.5
氯化物(Cl)的质量分数/%	$\leq$ 1.0	1.5	3.0
水不溶物的质量分数/%	$\leq$	0.3	
pH 值	4.3~4.9		
砷及其化合物的质量分数(以 As 计)/%	$\leq$	0.005 0	
镉及其化合物的质量分数(以 Cd 计) /%	$\leq$	0.001 0	
铅及其化合物的质量分数(以 Pb 计)/%	$\leq$	0.020 0	
铬及其化合物的质量分数(以 Cr 计) /%	$\leq$	0.050 0	
汞及其化合物的质量分数(以 Hg 计)/%	$\leq$	0.000 5	

## 4 试验方法

### 4.1 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

本标准中所使用的水,在未说明规格时,其 pH 值范围和电导率应符合 GB/T 6682 中的三级水规格;本标准中所用的试剂,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂;本标准中所用的标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液,在未说明配制方法时,均按 HG/T 2843 配制。

### 4.3 外观判别

在自然光条件下,用目视法进行判别。

### 4.4 水溶性五氧化二磷含量的测定及磷酸二氢钾含量计算——磷钼酸喹啉重量法

#### 4.4.1 方法提要

在酸性介质中,试液中的磷酸根离子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。

#### 4.4.2 试剂和材料

##### 4.4.2.1 硝酸溶液:1+1。

##### 4.4.2.2 喹钼柠酮试剂。

#### 4.4.3 仪器和设备

4.4.3.1 玻璃坩埚式滤器：4号，容积30 mL。

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

4.4.3.3 通常实验室仪器。

#### 4.4.4 分析步骤

##### 4.4.4.1 试验溶液的制备

称取约1 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250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，干过滤，弃除最初几毫升滤液，滤液待测。

##### 4.4.4.2 测定

用移液管移取10 mL试液，置于250 mL烧杯中，加入10 mL硝酸溶液，加水至约100 mL。盖上表面皿，加热至微沸。冷却至约 $75\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，加入50 mL喹钼柠酮溶液（在加入试剂和加热过程中不应使用明火，不得搅拌，以免凝结成块）。冷却至室温，在冷却过程中搅拌3次~4次，用预先在 $180\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干至质量恒定的玻璃坩埚式滤器（4.4.3.1）抽滤。先将上层清液过滤，用倾洗法洗涤沉淀6次，每次用水约30 mL。将沉淀移入玻璃坩埚式滤器中，继续用水洗涤沉淀4次。将玻璃坩埚式滤器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，置于干燥器中，冷却至室温，称量。

##### 4.4.4.3 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加试料进行空白试验。取两次平行测定结果的算术平均值作为空白试验值。

#### 4.4.5 分析结果的表述

##### 4.4.5.1 计算

磷酸二氢钾含量 $w_1$ ，以磷酸二氢钾（ $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ）的质量分数计，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.0615}{m_3 \times (10/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

水溶性五氧化二磷含量 $w_2$ ，以五氧化二磷（ $\text{P}_2\text{O}_5$ ）的质量分数计，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.03207}{m_3 \times (10/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式（1）和式（2）中：

$m_1$ ——测定时生成磷酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——空白试验时生成磷酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

$m_3$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

10——吸取试液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

250——试液的总体积的数值，单位为毫升（mL）；

0.0615——磷酸喹啉沉淀换算成磷酸二氢钾质量的系数；

0.03207——磷酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数。

#### 4.4.5.2 允许差

计算结果表示到小数点后 2 位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次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 %。

### 4.5 氧化钾含量的测定

#### 4.5.1 方法提要

##### 4.5.1.1 四苯基合硼酸钾重量法（仲裁法）

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、干燥并称量。

##### 4.5.1.2 温度滴定法

参见附录 A。

#### 4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 氢氧化钠溶液：400 g/L。

4.5.2.2 四苯基合硼酸钠溶液：15 g/L。

4.5.2.3 四苯基合硼酸钠洗涤液。

用 10 体积的水稀释 1 体积的四苯基合硼酸钠溶液（4.5.2.2）。

4.5.2.4 乙二胺四乙酸二钠盐（EDTA）溶液：40 g/L。

4.5.2.5 酚酞指示液。

#### 4.5.3 仪器和设备

4.5.3.1 玻璃坩埚式滤器：4 号，容积 30 mL。

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

4.5.3.3 通常实验室仪器。

#### 4.5.4 分析步骤

##### 4.5.4.1 试样溶液的制备

称取约 1 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 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，干过滤，弃除最初几毫升滤液，滤液待测。

##### 4.5.4.2 测定

吸取 25.00 mL 上述试液（4.5.4.1），置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL EDTA 溶液（含阳离子较多时可加入 40 mL），加入 2 滴~3 滴酚酞指示液，滴加氢氧化钠溶液至溶液为粉红色，在通风橱内加热煮沸 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（4.5.2.2）逐滴加入试液中，加入量为每含 1 mg 氧化钾加入 0.5 mL 四苯基合硼酸钠溶液，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预先在  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$  下恒重的玻璃坩埚式滤器内，用四苯基合硼酸钠洗涤液（4.5.2.3）洗涤沉淀和烧杯 5 次~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。将盛有沉淀的玻璃坩埚式滤器置入  $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥箱中，干燥 1.5 h。取出，放入干燥器内，冷却至室温，称量。

#### 4.5.4.3 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加试料进行空白试验。取两次平行测定结果的算术平均值作为空白试验值。

#### 4.5.5 分析结果表示

氧化钾含量  $w_3$ ，以氧化钾 ( $K_2O$ ) 的质量分数计，数值以%表示，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{[(m_4 - m_5) - (m_6 - m_7)] \times 0.1314}{m_8 \times (25/100)} \times 100 \quad \dots\dots (3)$$

式中：

$m_4$ ——盛有沉淀滤器的质量的数值，单位为克 (g)；

$m_5$ ——滤器的质量的数值，单位为克 (g)；

$m_6$ ——空白试验时过滤后滤器的质量的数值，单位为克 (g)；

$m_7$ ——空白试验用滤器的质量的数值，单位为克 (g)；

$m_8$ ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

25——吸取试样溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

250——试液的总体积的数值，单位为毫升 (mL)；

0.1314——四苯基合硼酸钾质量换算为氧化钾质量的系数。

计算结果表示到小数点后 2 位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

#### 4.5.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.40 %；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 仪器和设备

4.6.2.1 称量瓶：具有磨口盖，直径 50 mm、高 30 mm 的扁形瓶。

4.6.2.2 干燥箱：能控制温度在 105 °C ~ 110 °C。

4.6.2.3 通常实验室仪器。

#### 4.6.3 分析步骤

称取约 5 g 试样（精确至 0.001 g），置于预先在 105 °C ~ 110 °C 下烘干至恒重的称量瓶中，将称量瓶放置于 105 °C ~ 110 °C 烘箱中，干燥 2 h。取出，置于干燥器中，冷却至室温，称量。

#### 4.6.4 分析结果的表述

水分  $w_4$ ，以质量分数计，数值以%表示，按公式 (4) 计算：

$$w_4 = \frac{m_9 - m_{10}}{m_9} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m_9$ ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；



$m_{10}$ ——干燥后试样的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 2 位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

#### 4.6.5 允许差

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 %。

#### 4.7 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

见 GB/T 3050—2000。

###### 4.7.1.2 试剂和材料

见 GB/T 3050—2000。

###### 4.7.1.3 仪器和设备

见 GB/T 3050—2000。

###### 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 5.0 mL 0.01 mol/L 氯化钾标准溶液于 100 mL 烧杯中，加入 5 mL 1+1 硝酸溶液，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 °C 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的线路，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，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，计算电位值的连续增量（ $\Delta E_1$ ）及二次  $\Delta E_1$  的差值（ $\Delta E_2$  正值或负值）。滴定至终点所需硝酸银标准滴定溶液的体积给出最大  $\Delta E_1$  值所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积。

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的体积由 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），按公式（5）计算：

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

式中：

$V_0$ ——得到最大  $\Delta E_1$  的前一点的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（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的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1 = 10$ ）；

$b$ —— $\Delta E_2$  最后一次正值；

$B$ —— $\Delta E_2$  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—2000 附录 C。

硝酸银标准滴定溶液的浓度，数值以 mol/L 表示，按公式（6）计算：

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

式中：

$c_1$ ——氯化钾标准溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_2$ ——相当于 10 mL 氯化钾标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_3$ ——相当于 5 mL 氯化钾标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

5——两次氯化钾标准溶液的体积之间的差值的数值，单位为毫升（mL）。

#### 4.7.1.4.2 测定

称取 0.1 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 100 mL 烧杯中，加入 50 mL 水溶解，加入 5 mL 1+1 硝酸溶液，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……所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积”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、同样试剂和用量但不加试料进行空白试验。取两次平行测定结果的算术平均值作为空白试验值。

空白试验所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积  $V_5$ ，数值以 mL 表示，按公式（7）计算：

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

式中：

$V_2, V_3$ ——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  $w_5$ ，以氯（Cl）的质量分数计，数值以 % 表示，按公式（8）计算：

$$w_5 = \frac{c(V_4 - V_5) \times 0.03545}{m_{11}} \times 100 = \frac{c(V_4 - V_5) \times 3.545}{m_{11}} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

$c$ ——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_4$ ——测定所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_5$ ——空白试验所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$m_{11}$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

0.035 45——氯的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔（g/mmol）。

计算结果表示到小数点后 2 位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

#### 4.7.1.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

### 4.7.2 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，使溶液浑浊，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：17 g/L。

## 4.7.2.2.2 硝酸溶液：1+6。

## 4.7.2.2.3 氯化物标准溶液：1 mL 含 0.010 mg Cl、1 mL 含 0.015 mg Cl、1 mL 含 0.020 mg Cl。

用移液管分别移取 1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

## 4.7.2.3 分析步骤

## 4.7.2.3.1 试液的制备

称取约 0.1 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于烧杯中，加入 50 mL 水溶解，加入 10 mL 硝酸溶液，转移到 100 mL 容量瓶中，摇匀。当溶液浑浊时，进行干过滤。

## 4.7.2.3.2 测定

用移液管移取 10 mL 试液（优等品）或 7.5 mL 试液（一等品）或 5 mL 试液（合格品），置于 50 mL 比色管中，加入 1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min 后，试验溶液的浑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 5 mL 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，计算出水不溶物含量。

## 4.8.2 仪器和设备

4.8.2.1 玻璃坩埚式滤器：G<sub>1</sub> 坩埚，孔径 50 μm~70 μm，1 号，容积为 30 mL。

## 4.8.2.2 干燥箱：能控制温度在 105 ℃~110 ℃。

## 4.8.2.3 通常实验室仪器。

## 4.8.3 分析步骤

称取约 10 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 400 mL 烧杯中，加入 100 mL 约 80 ℃ 的水溶解，用预先在 105 ℃~110 ℃ 下恒重的玻璃坩埚式滤器趁热抽滤，以水洗涤烧杯及玻璃坩埚式滤器 6 次~8 次，将玻璃坩埚式滤器与水不溶物置于 105 ℃~110 ℃ 干燥箱内，干燥至质量恒定。

## 4.8.4 分析结果表示

水不溶物含量  $w_6$ ，以质量分数计，数值以 % 表示，按公式（9）计算：

$$w_6 = \frac{m_{12} - m_{13}}{m_{14}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$m_{12}$ ——水不溶物加玻璃坩埚式滤器的质量的数值，单位为克（g）；

$m_{13}$ ——玻璃坩埚式滤器的质量的数值，单位为克（g）；

$m_{14}$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 2 位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

## 4.8.5 允许差

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 3 g/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 3.40 g 磷酸二氢钾，溶于约 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同一个 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，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 2 h。

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 10.21 g 于 110℃ 下干燥 1 h 的邻苯二甲酸氢钾，溶于水，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，在 25℃ 下此缓冲溶液的 pH 值为 4.01。

### 4.9.3 仪器和设备

4.9.3.1 酸度计：带有玻璃电极、甘汞电极，灵敏度为 0.1 pH 单位。

4.9.3.2 通常实验室用仪器。

### 4.9.4 分析步骤

#### 4.9.4.1 试样溶液的制备

称取约 3 g 试样（精确至 0.01 g），置于合适的烧杯中，加水至 100 mL，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

测定结果保留至 1 位小数，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.1；不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.2。

## 4.10 砷、镉、铅、铬、汞含量

按 GB/T 23349 的规定进行测定。

## 5 检验规则

### 5.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验，表 1 中砷、镉、铅、铬、汞及其化合物的指标为型式检验项

目，其余项目均为出厂检验项目。

型式检验项目在下列情况时，应进行测定：

- a) 投产时、停产后重新恢复生产时；
- b) 连续生产时，原料、工艺及设备发生变化；
- c) 连续生产时，应 6 个月周期性进行一次型式检验；
- d) 国家质量监督机构提出型式检验的要求时。

5.2 组批

产品按批检验，以 1 天或 2 天的产量为一批，最大批量为 150 t。

5.3 采样方案

5.3.1 袋装产品

按 GB/T 6679 的规定确定采样单元数。袋装产品不超过 512 袋时，按表 2 确定最少采样袋数；大于 512 袋时，按公式（10）计算结果确定最少采样袋数，如遇小数，则进位为整数。

表 2 最少采样袋数的确定

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		

$$n=3\sqrt[3]{N}$$
..... (10)

式中：

- $n$ ——最少采样袋数；
- $N$ ——每批产品总袋数。

按表 2 或公式（10）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 100 g 样品，每批采取样品总量不少于 1 kg。

5.3.2 小包装

小包装按表 3 确定采样袋数。

表 3 小包装采样袋数的确定

总袋数	采样袋数	总袋数	采样袋数
≤25	2	1 201~10 000	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，将采取的小袋样品混合均匀。

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 0.5 kg，再缩分成两份，分装于两个洁净、干燥的 500 mL 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，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；另一瓶保存 2 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 100 g 样品，迅速研磨至全部通过 0.50 mm 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，应重新自 2 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磷酸二氢钾含量、水溶性五氧化二磷含量、氧化钾含量、氯含量、本标准编号、净含量，其余执行 GB 18382。

7 包装、运输和贮存

7.1 包装按 GB 8569 的规定进行，用内衬聚乙烯袋的编织袋包装（包装规格小于 5 kg 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 kg±0.5 kg、25 kg±0.25 kg、10 kg±0.15 kg、5 kg±0.1 kg、1 kg±0.05 kg、500 g±5 g、400 g±4 g、200 g±2 g、100 g±1 g、50 g±0.5 g，平均每袋净含量不低于 50.0 kg、25.0 kg、10.0 kg、5.0 kg、1.0 kg、500 g、400 g、200 g、100 g、50 g。

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。



## 附录 A

## (资料性附录)

## 氧化钾含量的测定——温度滴定法

## A.1 方法提要

四苯硼酸钠与钾离子生成四苯硼酸钾沉淀是明显的放热化学反应，四苯硼酸钠溶液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，通过计算放热曲线的二阶导数顶点值得滴定终点的体积。

## A.2 试剂和材料

## A.2.1 四苯硼酸钠溶液：0.2 mol/L。

称取 70 g 四苯硼酸钠，溶解于约 800 mL 水中，加入 7.3 mL 饱和氢氧化钠溶液和 91.3 mL 氯化镁溶液，搅拌 15 min，静置后用定量滤纸过滤，定容至 1 L。该溶液贮存在棕色瓶或塑料瓶中，一般不超过 1 个月。如发现浑浊，使用前应过滤。

## A.2.2 氯化钾溶液：0.2 mol/L。

用氯化钾基准试剂配成 0.2 mol/L 的溶液。

## A.2.3 氢氧化钠溶液：10 mol/L。

## A.2.4 氯化镁溶液：100 g/L。

## A.3 仪器和设备

## A.3.1 温度滴定仪。

## A.3.2 温度电极。

## A.3.3 加液单元：10 mL 或 20 mL。

## A.3.4 瓶顶式加液驱动器。

## A.3.5 螺旋搅拌器。

## A.3.6 通常实验室仪器。

## A.4 分析步骤

## A.4.1 四苯硼酸钠标准溶液的标定

分别量取 1 mL、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL 氯化钾溶液 (A.2.2)，加入 2 mL 10 mol/L 氢氧化钠溶液，用未知准确浓度的四苯硼酸钠溶液 (A.2.1) 滴定至终点。

用所取 5 个氯化钾溶液的物质的量 (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浓度  $c_2$  是  $1/a$ 。

## A.4.2 空白体积的测定

称取约 1 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 250 mL 容



量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，干过滤，弃除最初几毫升滤液，滤液待测。

分别量取 5 mL、10 mL、15 mL、20 mL、25 mL 滤液，加入 2 mL 10 mol/L 氢氧化钠溶液，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  $b_1$ 。

#### A. 4. 3 试样溶液的滴定

量取 25 mL 待测滤液，加入 2 mL 氢氧化钠溶液 (A. 2. 3)，用经标定后的四苯硼酸钠溶液滴定至终点。

#### A. 4. 4 分析结果表示

氧化钾含量  $w_8$ ，以氧化钾 ( $K_2O$ ) 质量分数计，数值以 % 表示，按公式 (A. 1) 计算：

$$w_8 = \frac{(V_6 - V_7)c_2 \times 94.196 \times 0.25}{2m_{15}V_8} \times 100 \quad \dots\dots (A. 1)$$

式中：

$V_6$ ——样品滴定终点的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_7$ ——空白体积的数值 (A. 4. 2 中的截距  $b_1$ )，单位为毫升 (mL)；

$V_8$ ——量取待分析试液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c_2$ ——四苯硼酸钠溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$m_{15}$ ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

94.196——氧化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol)；

0.25——试液测定吸取的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

2——氧化钾分子中所含钾离子的个数。

计算结果表示到小数点后 2 位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

#### A. 4. 5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.40 %；不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.80 %。