

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4068—XXXX
代替 HG/T 4068-2008

工业湿法粗磷酸

Wet phosphoric acid for industrial use

(报批稿)

20XX - XX - XX 发布

20XX - 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》的规定起草。

本文件代替HG/T 4068—2008《工业湿法粗磷酸》，与HG/T 4068—2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了适用范围（见第1章，2008年版的第1章）；
- 更改了产品外观的描述（见5.1，2008年版的4.1）；
- 增加了产品的规格（见5.2，2008年版的4.2）；
- 更改了密度的测定方法（见6.5，2008年版的5.5）；
- 将“固体杂质”指标名称改为“固体物质”，并更改了测定方法（见5.2和6.5，2008年版的4.2和5.6）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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：贵州川恒化工股份有限公司、云南云天化股份有限公司、云南省产品质量监督检验研究院、天宝动物营养科技股份有限公司、四川发展龙蟒股份有限公司、湖北兴发化工集团股份有限公司、瓮福（集团）有限责任公司、山东鲁北化工股份有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、宜昌邦普宜化新材料有限公司。

本文件主要起草人：毛伟、王坚、他德洪、彭启明、何丰、郑光明、杨毅、杜建豹、王彦、尹刚、王国栋、苏海涛、粟宇、罗显明、张永松、丁宝滨、陆思伟、李周、白帆。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 本文件于2008年首次发布，本次为第一次修订。

工业湿法粗磷酸

警告：按GB 12268—2012第8章的规定，本产品属于第8类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业湿法粗磷酸的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。本文件适用于二水法、半水法、半水-二水法硫酸萃取法生产的工业湿法粗磷酸。

注：该产品主要用于净化磷酸和其它工业磷酸盐的生产。

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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

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方法和判定

GB 12268—2012 危险货物物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15603 常用危险化学品贮存通则

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

JT/T 617（所有部分） 危险货物道路运输规则

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： H_3PO_4

相对分子质量：97.99（按2018年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观：浅色浑浊液体。

5.2 工业湿法粗磷酸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			
			规格 1	规格 2	规格 3	规格 4
磷酸	（以 H_3PO_4 计）w/%	\geq	25.0	34.0	52.5	65.0
	（以 P_2O_5 计）w/%	\geq	18.0	24.5	38.0	47.0
密度（g/mL）		\geq	1.15	1.28	1.44	1.58
固体物质 w/%		\leq	1.0	1.0	2.0	4.0

6 试验方法

6.1 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。试验中所用的制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按HG/T 3696.3的规定制备。

6.2 外观检验

取适量样品，置于干燥、清洁的比色管中，在自然光下用目视法进行判定。

6.3 磷酸含量的测定

6.3.1 原理

在硝酸介质中，试验溶液中的磷酸根与加入的喹钼柠酮生成磷钼酸喹啉沉淀。经过滤、烘干、称量，确定磷酸含量。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.3.2.2 硝酸溶液：1+1。

6.3.2.3 喹钼柠酮溶液。

6.3.3 仪器设备

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

6.3.3.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 或 $250\ ^\circ\text{C}\pm 10\ ^\circ\text{C}$ 。

6.3.4 试验步骤

6.3.4.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 样品, 精确至 0.000 2 g, 置于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 盐酸溶液和少量水, 盖上表面皿, 煮沸 10 min。冷却后, 全部移入 250 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。使用前进行干过滤, 弃去前 20 mL 滤液。

6.3.4.2 空白试验溶液的制备

除不加样品外, 加入的其他试剂量与制备试验溶液时完全相同, 并与试验溶液同时、同样处理。

6.3.4.3 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 250 mL 烧杯中, 用水至稀释至约 100 mL。加入 10 mL 硝酸溶液及 35 mL 喹钼柠酮溶液, 盖上表面皿。在电热板上或水浴中加热至烧杯内的物质达到 $75\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保温 30 s, 取出冷却至室温 (冷却过程中搅拌 3 次~4 次)。用预先在 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 $250\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤。先将上层清液过滤, 以倾析法洗涤沉淀 6 次, 每次用水约 20 mL。然后将沉淀全部转移至玻璃砂坩埚中, 抽滤。用水洗涤沉淀 4 次, 每次均应抽干。将玻璃砂坩埚连同磷钼酸喹啉沉淀, 置于电热恒温干燥箱中, 温度稳定后开始计时, 温度控制在 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 45 min 或温度控制在 $250\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 15 min。取出稍冷后, 置于干燥器中冷却至室温, 称量, 精确至 0.000 2 g。

6.3.5 试验数据处理

磷酸含量以磷酸 (H_3PO_4) 的质量分数 w_1 计, 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{0.04428(m_1 - m_0)}{m(10/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

磷酸含量以五氧化二磷 (P_2O_5) 的质量分数 w_1 计, 按公式 (2) 计算:

$$w_1 = \frac{0.03207(m_1 - m_0)}{m(10/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值, 单位为克 (g);

m_0 ——试验空白溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值, 单位为克 (g);

m ——样品的质量的数值, 单位为克 (g);

0.04428——磷钼酸喹啉换算成磷酸的系数;

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以五氧化二磷 (P_2O_5) 计不大于 0.2%; 以磷酸 (H_3PO_4) 计不大于 0.3%。

6.4 密度的测定

按 GB/T 4472-2011 中 4.3.1 规定的方法进行测定。

6.5 固体物质含量的测定

6.5.1 原理

采用真空抽滤方式，分离样品中的固体物质。经干燥、称量，确定其含量。

6.5.2 仪器设备

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

6.5.2.2 称量瓶： $\phi 70\text{ mm}\times 35\text{ mm}$ 。

6.5.2.3 微孔过滤膜：亲水聚四氟乙烯或 PP 材质，滤膜孔径为 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ ，直径为约 50 mm 。

6.5.2.4 膜式过滤装置：1000 mL。见图 1。

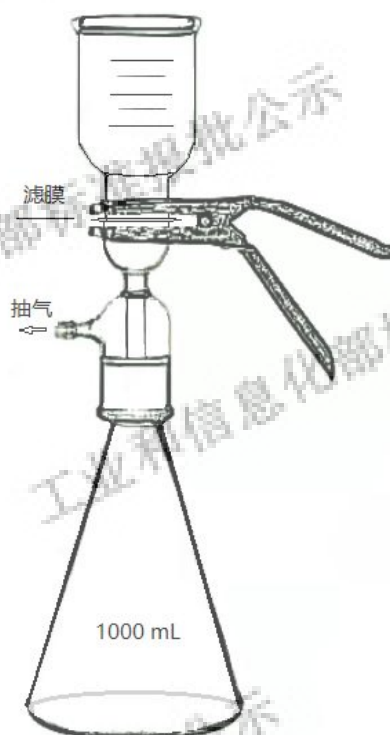


图 1 膜式过滤装置

6.5.3 试验步骤

6.5.3.1 微孔过滤膜准备

用无齿镊子夹取微孔过滤膜，置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶中。置于电热恒温干燥箱中，在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。将干燥至质量恒定的微孔过滤膜与膜式过滤装置组装在一起，并用固定夹夹紧，用水湿润微孔过滤膜。

6.5.3.2 试验

称取 $50\text{ g}\pm 0.5\text{ g}$ （规格 1 或规格 2）或 $20\text{ g}\pm 0.5\text{ g}$ （规格 3 或规格 4）样品，精确至 0.01 g 。置于 100 mL 烧杯中，加水至约 50 mL ，搅拌均匀。用膜式过滤装置抽滤。再用水洗涤微孔过滤膜 5 次，每次用水约 10 mL ，抽干。小心取出微孔过滤膜，放入原称量瓶中，在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱

中干燥至质量恒定。

6.5.4 试验数据处理

固体物质含量以质量分数 w_2 计，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——过滤后的微孔过滤膜和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——过滤前的微孔过滤膜和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m ——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作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

7 检验规则

7.1 本文件规定的所有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同一规格的工业湿法粗磷酸为一批，每批产品不超过 1 000 t。

7.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数，按 GB/T 6680 的规定进行采样。槽车从上口取样，采样时将采样器垂直插入槽车 2/3 处进行采样，采样总量不少于 800 mL。将所采的样品混匀后分装于两个清洁、干燥、具有磨口塞的玻璃瓶中或塑料瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、规格、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品，另一份保存备查，保存时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装中采样复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品为不合格品。

7.5 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。

8 标志、标签

8.1 工业湿法粗磷酸产品包装容器上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、规格、净含量、批号或生产日期、本文件编号以及 GB 190—2009 第 3 章中规定的“腐蚀性物质”标志。储罐、专用槽车上应有 GB 190—2009 第 3 章中规定的“腐蚀性物质”标志及危险化学品管理相关要求的标志、标签。

8.2 每批出厂的工业湿法粗磷酸均应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、规格、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业湿法粗磷酸产品应装在耐酸性物质腐蚀的储罐、专用槽车或包装容器中，包装容器类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定，包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的规定，包装容器质量应符合 III 类包装性能试验。

9.2 工业湿法粗磷酸的运输应符合危险货物运输安全监督管理的相关规定及 JT/T 617（所有部分）的要求。运输过程中不应曝晒和猛烈撞击。不应与碱类、易（可）燃物、活性金属粉末同车混运。

9.3 工业湿法粗磷酸的贮存应符合 GB 15603 的规定。