

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 4069—2008《工业湿法净化磷酸》，与HG/T 4069—2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了产品规格，同时对指标进行适当调整（见第5章）；
- 重金属含量改为铅含量，增加了镉含量的要求（见第5章）；
- 色度测定增加色度仪法作为仲裁法（见6.3，2008年版的5.4）；
- 氯化物含量测定中增加了离子色谱法（见6.5，2008年版的5.7）；
- 更改了硫酸盐、铁和总有机碳的测定方法（见6.6、6.9，2008年版的5.6、5.8、5.14）；
- 增加了铅、镉的测定方法（见6.6）；
- 砷含量测定中增加了原子荧光法（见6.7，2008年版的5.10）。

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：瓮福（集团）有限责任公司、贵州川恒化工股份有限公司、湖北祥云（集团）化工股份有限公司、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、云南云天化股份有限公司、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、瑞士万通中国有限公司、青岛海关。

本文件主要起草人：杨三可、王佳才、余汉武、彭启明、何丰、郑光明、薛河南、宋玉珉、王彦、宋炳信、李红林、尹刚、栗宇、罗显明、李周、刘占峰、陆思伟、张翠微。

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。

工业湿法净化磷酸

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净化磷酸的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。本文件适用于溶剂萃取法生产的工业湿法净化磷酸。

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 605 化学试剂 色度测定通用方法
- GB 1886.304—2020 食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸（湿法）
- 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
- GB/T 21191 原子荧光光谱仪
- GB/T 23947.2—2009 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
- 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：无色透明或略带浅色的稠状液体。

5.2 工业湿法净化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 技术指标

项 目	指 标						
	规格 1			规格 2			
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	
磷酸 (H_3PO_4) w/%	≥	75.0			85.0		
色度/黑曾	≤	20	30	40	20	30	40
氯化物 (以 Cl 计) w/%	≤	0.0005	0.001	0.002	0.0005	0.001	0.002
硫酸盐 (以 SO_4 计) w/%	≤	0.01	0.02	0.03	0.01	0.02	0.03
铁 (Fe) w/%	≤	0.002	0.003	0.005	0.002	0.003	0.005
铅 (Pb) w/%	≤	0.001	0.002	0.003	0.001	0.002	0.003
镉 (Cd) w/%	≤	0.001	0.002	0.003	0.002	0.003	0.003
砷 (As) w/%	≤	0.0001	0.001	0.002	0.0001	0.0005	0.001
氟 (F) w/%	≤	0.01	0.02	0.03	0.01	0.02	0.03
镁 (Mg) w/%	≤	0.002	—	—	0.002	—	—
钙 (Ca) w/%	≤	0.002	—	—	0.002	—	—
总有机碳 (TOC) (以 C 计) w/%	≤	0.007	—	—	0.007	—	—

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。试验中所用的标准滴定溶液、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 3696.1、HG/T 3696.2、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 色度的测定

6.3.1 色度仪法（仲裁法）

6.3.1.1 原理

利用光电比色原理，按照仪器操作步骤，用蒸馏水和已知色度的标准溶液校正仪器正常后，测定待测溶液，得出分析结果。

6.3.1.2 试剂或材料

系列黑曾单位标准溶液：0 黑曾单位、10 黑曾单位、15 黑曾单位、20 黑曾单位、30 黑曾单位、40 黑曾单位、50 黑曾单位、100 黑曾单位。按GB/T 605的规定配制。

6.3.1.3 仪器设备

色度测量仪：具备测量以黑曾单位表示的色度的功能，并配有比色管。

6.3.1.4 试验步骤

6.3.1.4.1 仪器调零

按仪器操作程序开机，取一支配套的比色管，缓慢加入水至约比色管体积的四分之三，加入过程中避免产生气泡，用擦镜纸擦干比色管表面。将比色管放入仪器中进行测定，调整色度测定值显示为零黑曾单位。

6.3.1.4.2 仪器校准

另取两支比色管，分别移入两种黑曾单位标准溶液至约比色管体积的四分之三，进行色度测定，测定值与移入的黑曾单位标准溶液值的允许误差应符合表2的规定，否则应重新校准。

表2 黑曾单位标准溶液值允许误差

序号	测量范围/黑曾单位	允许误差/黑曾单位
1	0~20	±3
2	20~100n	±5

6.3.1.4.3 试验

移入样品至约比色管体积的四分之三，采用与仪器校准的同样操作，进行样品色度的测定，记录测定值。

6.3.2 目视比色法

按GB/T 605规定的方法进行操作。

6.4 磷酸含量的测定

6.4.1 重量法（仲裁法）

6.4.1.1 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。

6.4.1.2 试剂或材料

6.4.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.4.1.2.2 硝酸溶液：1+1。

6.4.1.2.3 喹钼柠酮溶液。

6.4.1.3 仪器设备

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

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

6.4.1.4 试验步骤

6.4.1.4.1 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 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 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。

6.4.1.4.2 空白试验溶液的制备

除不加样品外，其他加入的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。

6.4.1.4.3 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 $75\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ ，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 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 或 $250\ ^\circ\text{C}\pm 10\ ^\circ\text{C}$ 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 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 干燥 45 min 或温度控制在 $250\ ^\circ\text{C}\pm 10\ ^\circ\text{C}$ 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。

6.4.1.5 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：

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

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_0 —— 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 —— 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。

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 0.3 %。

6.4.2 容量法

6.4.2.1 原理

以百里香酚酞为指示液，用氢氧化钠标准溶液滴定磷酸，以确定磷酸的含量。

6.4.2.2 试剂或材料

6.4.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.5 \text{ mol/L}$ 。

6.4.2.2.2 百里香酚酞指示液：1 g/L。

6.4.2.3 试验步骤

称取约 1 g 样品，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 锥形瓶中，加 80 mL 水和 5 滴百里香酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅蓝色，即为终点。同时进行空白试验。

6.4.2.4 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（2）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0) cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V —— 滴定试验溶液消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 —— 空白试验溶液消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c —— 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M —— 磷酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [$M(1/2\text{H}_3\text{PO}_4) = 49.00$]；

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为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

6.5 氯化物含量的测定

6.5.1 离子色谱法（仲裁法）

6.5.1.1 原理

样品中氯离子经色谱柱分离，用电导检测器进行检测，以外标法计算出氯离子的含量。

6.5.1.2 试剂或材料

6.5.1.2.1 水：电导率（25 °C）不大于 0.005 5 mS/m 的去离子水。

6.5.1.2.2 再生液：根据所用抑制器及其使用方式，参考抑制器使用说明书，选择适合的再生液。

6.5.1.2.3 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯化物（Cl）0.10 mg。用移液管移取 10.00 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。

6.5.1.2.4 氯化物标准使用溶液：1 mL 溶液含氯化物（Cl）1.0 μg。用移液管移取 1.00 mL 氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现配现用。

6.5.1.3 仪器设备

离子色谱仪，并配备下列设备。

- a) 色谱柱：被检测阴离子的分离度 $R \geq 1.5$ 。
- b) 滤膜： $\leq 0.45 \mu\text{m}$ 。
- c) 检测器：电导检测器，若能确认有同样功能的其它检测器也可使用。

6.5.1.4 试验步骤

6.5.1.4.1 工作曲线溶液的制备

按表3的规定，用移液管移取氯化物标准使用溶液，置于4个100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

表3 氯化物标准使用溶液移取量

容量瓶编号	1	2	3	4
氯化物标准使用溶液的体积/mL	0.50	1.00	3.00	5.00
氯化物（以Cl计）的质量/μg	0.5	1.0	3.0	5.0

6.5.1.4.2 试验溶液的制备

称取约 0.2 g~0.8 g 样品，精确至 0.001 g，置于 100 mL 容量瓶中，加入约 20 mL 水，摇匀。静置，待溶液温度至室温后，用水稀释至刻度，摇匀。

6.5.1.4.3 试验

将离子色谱仪调整至最佳工作状态，推荐的操作条件见附录A。按仪器操作程序，将工作曲线溶液和试验溶液等体积依次进样测定。以工作曲线溶液中氯的质量为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制工作曲线。根据所测试验溶液的峰面积，在工作曲线上查得氯的质量（μg）。

6.5.1.5 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 w_2 计，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中氯的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

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%。

6.5.2 比浊法

6.5.2.1 原理

在硝酸性介质中，样品中氯化物与加入的硝酸银生成氯化银白色沉淀，通过与标准比浊溶液比较，确定样品中的氯化物含量。

6.5.2.2 试剂或材料

6.5.2.2.1 硝酸溶液：1+2。

6.5.2.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

6.5.2.2.3 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.01 mg。用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T3696.2 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。现配现用。

6.5.2.3 试验步骤

称取 $2.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 样品，置于 25 mL 比色管中。用水稀释至约 20 mL，加 2 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，与氯化物标准比浊液比较。试验溶液的浊度不应大于标准比浊溶液。

氯化物标准比浊溶液的制备：用移液管移取 1.00 mL（优等品）、2.00 mL（一等品）、4.00 mL（合格品）氯化物标准溶液，置于 25 mL 比色管中，与样品同时同样处理。

6.6 硫酸盐、铁、铅、镉的测定

按 GB 1886.304—2020 中 A.7 的规定进行测定。

6.7 砷含量的测定

6.7.1 原子荧光法（仲裁法）

6.7.1.1 原理

样品经预处理，样品中各种形态的砷转变为三价砷，加入硼氢化钾-氢氧化钠，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。

6.7.1.2 试剂或材料

6.7.1.2.1 盐酸（优级纯）。

6.7.1.2.2 硝酸（优级纯）。

6.7.1.2.3 盐酸溶液：1+19。

6.7.1.2.4 硝酸溶液：1+4。

6.7.1.2.5 硫脲-抗坏血酸混合溶液。称取 10.0 g 硫脲和 10.0 g 抗坏血酸溶于 200 mL 水中，现用现配。

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

6.7.1.2.7 砷标准溶液：1 mL 溶液含砷 (As) 0.01 mg。移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷标准贮备溶液，于 100 mL 容量瓶中，加入 10.0 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.1.2.8 砷标准使用溶液：1 mL 溶液含砷 (As) 1 μg 。移取 10.00 mL 砷标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，加入 10.0 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。现用现配。

6.7.1.3 仪器设备

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

6.7.1.4 试验步骤

6.7.1.4.1 玻璃仪器的预清洗

试验中所用的玻璃器皿，使用前，应用硝酸溶液浸泡 24 h，再用水冲洗干净，备用。

6.7.1.4.2 工作曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 砷标准使用溶液，置于 5 个 100 mL 容量瓶中，分别加入 10.0 mL 盐酸，20 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液，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 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 、80 $\mu\text{g/L}$ 。

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 ($\mu\text{g/L}$) 为横坐标，绘制工作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-氢氧化钠溶液浓度、载流溶液浓度以及各种元素工作曲线线性范围、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。

6.7.1.4.3 试验

称取适量样品，精确至 0.0002 g，或移取稀释后的样品（根据原子荧光光谱仪的元素工作曲线范围及产品中要求的砷含量来确定），置于 100 mL 烧杯中。加 30 mL 水、1 mL 硝酸，盖上表面皿煮沸约 1 min，冷至室温后转移至 100 mL (V) 容量瓶中。分别加入 10 mL 盐酸，20 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液，用水稀释至刻度，摇匀。以下按 6.7.1.4.2 中从“仪器稳定后，……”开始进行操作（如有浑浊，使用中速定量滤纸干过滤后测定），由工作曲线查得或回归方程计算出砷的质量浓度的数值。

6.7.1.5 试验数据处理

砷含量以砷 (As) 的质量分数 w_3 计，按公式 (4) 计算：

$$w_3 = \frac{\rho Vf \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(4)$$

式中：

ρ ——由工作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（ $\mu\text{g/L}$ ）；

V ——溶液体积的数值，单位为毫升（ mL ）；

f ——样品的稀释倍数（若称取样品直接测定，则 $f=1$ ）；

m ——样品的质量的数值，单位为克（ g ）。

6.7.1.6 允许差

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%。

6.7.2 砷斑法

6.7.2.1 原理

同 GB/T 23947.2—2009 第 3 章。

6.7.2.2 试剂或材料

同 GB/T 23947.2—2009 第 6 章。

6.7.2.3 仪器设备

同 GB/T 23947.2—2009 第 7 章。

6.7.2.4 试验步骤

6.7.2.4.1 试验溶液的制备

称取 $10\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 样品。置于 100 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.2.4.2 试验

按表 4 中规定的体积，用移液管移取试验溶液及砷标准溶液[1 mL 溶液含砷（As）0.001 mg]。分别置于锥形瓶中，用水稀释至约 20 mL，用氢氧化钠溶液（40 g/L）调节至 $\text{pH} \approx 7$ 。以下按 GB/T 23947.2—2009 中 8.2 规定的方法，从“用水稀释至均 60 mL……”开始进行操作。样品溶液所呈砷斑的颜色不应深于砷标准溶液所呈砷斑的颜色。

表 4 移取样品溶液及砷标准溶液体积

规格/等级	规格 1			规格 2		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
移取试验溶液体积/mL	10.00	1.00	0.50	10.00	2.00	1.00
移取砷标准溶液体积/mL	1.00					

6.8 氟化物的测定

6.8.1 原理

在中性条件下，以饱和甘汞电极为参比电极，用氟离子选择性电极测量溶液的电极电位，采用工作曲线法确定氟的含量。

6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.8.2.2 硝酸溶液：1+5。

6.8.2.3 氢氧化钠溶液：200 g/L。

6.8.2.4 柠檬酸-柠檬酸三钠缓冲溶液：pH≈5.5。

6.8.2.5 溴甲酚绿指示液：1 g/L。

6.8.2.6 氟化物标准溶液：1 mL 溶液含氟（F）0.02 mg。用移液管取 2.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氟化物标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现用现配。

6.8.3 仪器设备

6.8.3.1 氟离子选择性电极。

6.8.3.2 饱和甘汞电极。

6.8.3.3 电位计。

6.8.3.4 电磁搅拌器：配有聚四氟乙烯转子。

6.8.4 试验步骤

6.8.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 氟标准溶液，分别置于 4 个 50 mL 容量瓶中，各加入 1 mL 盐酸溶液、5 滴柠檬酸-柠檬酸三钠缓冲溶液和 2 滴溴甲酚绿指示液，用氢氧化钠溶液调至溶液呈蓝色，再用硝酸溶液调至溶液恰呈黄色。加入 20 mL 柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将溶液转移至 100 mL 干燥的烧杯中。置于电磁搅拌器上，放入聚四氟乙烯转子，插入氟离子选择性电极及饱和甘汞电极，连接电位计。开启电磁搅拌器搅拌片刻，进行测量，记录平衡时的电位值。以氟的质量（mg）对数值为横坐标，相对应的电位值为纵坐标，绘制工作曲线。

6.8.4.2 试验溶液的制备

称取约 10 g 样品，精确至 0.01 g。置于 100 mL 烧杯中，用少量水稀释，用氢氧化钠溶液调至中性，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.4.3 试验

用移液管移取 10 mL 试验溶液，置于 50 mL 容量瓶中，以下按 6.8.4.1 中规定的方法，从“加入 1 mL 盐酸溶液……”开始，至“……记录平衡时的电位值。”为止进行操作。从工作曲线上查出相对应的氟离子质量的对数，查反对数得到氟质量。

6.8.5 试验数据处理

氟化物含量以氟（F）的质量分数 w_4 计，按公式（5）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_1 ——试验溶液中氟的质量的数值，单位为毫克（mg）。

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 总有机碳含量的测定

按 GB 1886.304—2020 中 A.4 的规定进行测定。

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、同一等级的工业湿法净化磷酸为一批，每批产品不超过 1000 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。采样时将采样器垂直插容器 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、等级、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 工业湿法净化磷酸产品包装容器上要有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、规格、等级、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。

8.2 每批出厂的工业湿法净化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、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业湿法净化磷酸产品应装在耐酸性物质腐蚀的容器中，包装类别应符合 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，包装质量应符合 III 类包装性能试验。

9.2 工业湿法净化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。运输过程中应防止曝晒和猛烈撞击。严禁与碱类、易（可）燃物、活性金属粉末同车混运。

9.3 工业湿法净化磷酸的贮存应符合 GB 15603 的规定。

工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示

附录 A

(资料性)

推荐的离子色谱仪操作条件

推荐的离子色谱仪操作条件见表A.1和表A.2。

表 A.1 氢氧根淋洗体系推荐的离子色谱仪操作条件

项 目	操作条件
色谱柱	氢氧化物选择性,可兼容梯度洗脱的高容量阴离子交换柱,如 Dionex IonPac AS20 4 mm×250 mm (带 IonPac AG20 型保护柱 4 mm×50 mm),或性能相当的离子色谱柱
抑制器	连续自动电解再生膜阴离子抑制器或等效抑制装置
检测器	电导检测器,检测池温度为 35 °C
进样体积	25 μL
淋洗液流速	1.0 mL/min
淋洗液	氢氧化钾溶液
淋洗操作	梯度淋洗
梯度淋洗操作条件	
时间/min	氢氧化钾溶液的浓度 $[c(\text{KOH})]/(\text{mmol/L})$
0.0	12
20.0	12
20.1	60
35.0	60
35.1	12
40.0	12

表 A.2 碳酸盐淋洗体系推荐的离子色谱仪操作条件

项 目	操作条件
色谱柱	带季铵基的聚乙醇阴离子交换柱,如 Metrosep A Supp 5-250/4.0(带 Metrosep A Supp 5 Guard/4.0)保护柱,或性能相当的离子色谱柱
抑制器	化学抑制器
检测器	电导检测器,检测池温度 35 °C
进样体积	20 μL
淋洗液流速	0.7 mL/min
淋洗液	碳酸钠溶液+碳酸氢钠溶液: 3.2 mmol/L+1.0 mmol/L
淋洗时间	40 min
淋洗操作	等度淋洗
试验溶液 pH 调节	试验溶液的制备中,称样加水稀释后,加入氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.8 ± 0.2 ,定容,摇匀。