

ICS 71.060.30
G 11
备案号:23753—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4068—2008

工业湿法粗磷酸

Wet phosphoric acid for industrial use

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

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：天津化工研究设计院、湖北宜化集团有限责任公司。

本标准主要起草人：李光明、蒋远华、杨晓勤。

工业湿法粗磷酸

1 范围

本标准规定了工业湿法粗磷酸的要求、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于二水法硫酸浸取法生产的工业湿法粗磷酸。该产品主要用于净化磷酸和其他工业磷酸盐的生产。

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)或修订版本均不适用于本标准,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 1250 极限数值的表示方法和判定方法

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—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

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试剂及制品的制备

3 分子式、相对分子质量

分子式: H_3PO_4

相对分子质量: 97.99(按 2005 年国际相对原子质量)。

4 要求

4.1 外观: 无色透明或略带浅色液体。

4.2 工业湿法粗磷酸应符合表 1 要求:

表 1 要求

项 目		指 标		
		规格 1	规格 2	规格 3
磷酸(以 H_3PO_4 计) $w/\%$	\geq	25	35	65
(以 P_2O_5 计) $w/\%$	\geq	18	24.5	47
密度/(g/mL)	\geq	1.15	1.28	1.58
固体杂质 $w/\%$	\leq	1	1	4

5 试验方法

5.1 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!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5.2 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—1992 中规定的三级

水。试验中所需杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 规定制备。

5.3 外观

在自然光条件下用目视法进行判定。

5.4 磷酸含量的测定

5.4.1 方法提要

在酸性介质中,试验溶液中的磷酸根与加入的沉淀剂喹钼柠酮形成沉淀。通过过滤、烘干、称量,计算出磷酸含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.4.2.3 喹钼柠酮溶液。

5.4.3 仪器

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

5.4.3.2 电烘箱:温度可控制在 $(180\pm 5)^\circ\text{C}$ 或 $(250\pm 10)^\circ\text{C}$ 。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 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 10 mL 盐酸溶液和少量水,盖上表面皿,煮沸 10 min。冷却后移入 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。

5.4.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与制备试验溶液时完全相同,并与试样同时进行同样的处理。

5.4.4.3 测定

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。加水至总体积约 100 mL,加入 10 mL 硝酸溶液,加入 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 $(75\pm 5)^\circ\text{C}$,保温 30 s,取出冷却至室温(冷却过程中搅拌 3~4 次)。用预先在 $(180\pm 5)^\circ\text{C}$ 或 $(250\pm 10)^\circ\text{C}$ 下烘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。最后将沉淀移入坩埚中过滤,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,从温度稳定计时。温度控制在 $(180\pm 5)^\circ\text{C}$ 干燥 45 min 或温度控制在 $(250\pm 10)^\circ\text{C}$ 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。

5.4.5 结果计算

磷酸含量以磷酸(H_3PO_4)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.044\ 28}{m \times 10/250} \times 100 = \frac{110.7(m_1 - m_2)}{m} \quad (1)$$

磷酸含量以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m \times 10/250} \times 100 = \frac{80.18(m_1 - m_2)}{m} \quad (2)$$

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 ——试验空白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);

0.044 28——磷钼酸喹啉换算成磷酸的系数;

0.032 07——磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

水。试验中所需杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 规定制备。

5.3 外观

在自然光条件下用目视法进行判定。

5.4 磷酸含量的测定

5.4.1 方法提要

在酸性介质中,试验溶液中的磷酸根与加入的沉淀剂喹钼柠酮形成沉淀。通过过滤、烘干、称量,计算出磷酸含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.4.2.3 喹钼柠酮溶液。

5.4.3 仪器

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

5.4.3.2 电烘箱:温度可控制在 $(180\pm 5)^\circ\text{C}$ 或 $(250\pm 10)^\circ\text{C}$ 。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 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 10 mL 盐酸溶液和少量水,盖上表面皿,煮沸 10 min。冷却后移入 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。

5.4.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与制备试验溶液时完全相同,并与试样同时进行同样的处理。

5.4.4.3 测定

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。加水至总体积约 100 mL,加入 10 mL 硝酸溶液,加入 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 $(75\pm 5)^\circ\text{C}$,保温 30 s,取出冷却至室温(冷却过程中搅拌 3~4 次)。用预先在 $(180\pm 5)^\circ\text{C}$ 或 $(250\pm 10)^\circ\text{C}$ 下烘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。最后将沉淀移入坩埚中过滤,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,从温度稳定计时。温度控制在 $(180\pm 5)^\circ\text{C}$ 干燥 45 min 或温度控制在 $(250\pm 10)^\circ\text{C}$ 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。

5.4.5 结果计算

磷酸含量以磷酸(H_3PO_4)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.044\ 28}{m \times 10/250} \times 100 = \frac{110.7(m_1 - m_2)}{m} \quad (1)$$

磷酸含量以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m \times 10/250} \times 100 = \frac{80.18(m_1 - m_2)}{m} \quad (2)$$

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 ——试验空白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);

0.044 28——磷钼酸喹啉换算成磷酸的系数;

0.032 07——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%。

5.5 密度的测定

5.5.1 方法提要

量取一定体积的磷酸,称其质量,计算出密度。

5.5.2 分析步骤

用移液管移取50 mL试样,置于已知质量的100 mL干燥的烧杯中,称量,精确至0.0002 g。

5.5.3 结果计算

密度 ρ ,数值以克每毫升(g/mL)表示,按式(3)计算:

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V} \quad (3)$$

式中:

m_1 ——试样与烧杯的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——烧杯的质量的数值,单位为克(g);

V ——移取的试液体积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于0.05 g/mL。

5.6 固体杂质含量的测定

5.6.1 方法提要

用已知质量的布氏漏斗进行过滤,称量滤渣的质量。

5.6.2 仪器

5.6.2.1 电烘箱:温度能控制在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.6.2.2 布氏漏斗:100 mL。

5.6.3 分析步骤

用干燥洁净的烧杯称取 (100 ± 2) g试样,精确至0.1 g,用已铺好滤纸的布氏漏斗进行过滤,并用水洗涤烧杯3~4次,使烧杯中的固体杂质全部转移到滤纸上,并用水洗至中性(用精密pH试纸检验),将过滤后的滤纸置于已知质量的培养皿中,于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的电烘箱中,干燥至质量恒定。

5.6.4 结果计算

固体含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中:

m_1 ——过滤后的滤纸和培养皿的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——过滤前的滤纸和培养皿的质量的数值,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作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.5%。

6 检验规则

6.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 每批产品不得超过60 t。

6.3 按GB/T 6678第6.6条规定确定采样单元数。按GB/T 6680的规定进行采样,槽车从上部取,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400 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、厂址、产品名称、规格、批号或生产日期、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存备查,保存时间根据生产企业实际情况确定。

6.4 工业湿法粗磷酸应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。

6.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业湿法粗磷酸进行验收,验收时间应在货到之日起一个月内进行。

6.6 检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自槽车中采样检验,复验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 包装上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、规格、批号或生产日期、净含量和本标准编号。

7.2 每批出厂的产品应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、规格、批号或生产日期、净含量、产品质量符合本标准要求的证明和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业湿法粗磷酸应装入槽车中。槽车上口必须加盖严密封闭。每槽车净含量 10 t~20 t。用户有特殊需求,供需协商。

8.2 工业湿法粗磷酸在运输过程中,严禁烈日曝晒和猛烈撞击,以防容器破裂。防止雨淋。

8.3 工业湿法粗磷酸在贮存过程中,严禁与碱类和其他易腐蚀物品存放在一起。防止雨淋,曝晒。

中华人民共和国

化工行业标准

工业湿法粗磷酸

工业湿法净化磷酸

HG/T 4068~4069—2008

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张1 1/2 字数39千字

2008年9月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0667

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

版权所有 违者必究