

ICS 71.060.30

G 11

备案号:23754—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4069—2008

工业湿法净化磷酸

Wet purifide 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：贵州宏福实业开发有限总公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：杨三可、刘幽若、李光明、张翠微、张庆仙、李红林。

工业湿法净化磷酸

1 范围

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

本标准适用于溶剂萃取法生产的工业湿法净化磷酸。该产品主要用于工业磷酸盐的生产。

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 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法(idt ISO 6685:1982)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

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的稠状液体。

4.2 工业湿法净化磷酸应符合表1要求。

表 1 要求

项 目		指标		
		优等品	一等品	合格品
色度/黑曾	≤	20	30	40
磷酸(H_3PO_4)w/%	≥	85.0	85.0	85.0
硫酸盐(以 SO_4 计)w/%	≤	0.01	0.02	0.03
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤	0.000 5	0.001	0.002
铁(Fe)w/%	≤	0.002	0.003	0.005
镁(Mg)w/%	≤	0.002	0.003	0.005
砷(As)w/%	≤	0.000 1	0.000 5	0.001
氟(F)w/%	≤	0.02	0.03	0.04
重金属(以 Pb 计)w/%	≤	0.001	0.002	0.003
钙(Ca)w/%	≤	0.002	0.003	0.005
总有机碳(TOC)(以 C 计)w/%	≤	0.007	—	—

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 规定制备。

5.3 外观

在自然光条件下用目视法进行判别。

5.4 色度的测定

按 GB/T 605 规定方法进行测定。

5.5 磷酸含量的测定

5.5.1 重量法(仲裁法)

5.5.1.1 原理

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。

5.5.1.2 试剂

5.5.1.2.1 盐酸。

5.5.1.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.5.1.2.3 喹钼柠酮溶液。

5.5.1.3 仪器和设备

5.5.1.3.1 玻璃砂坩埚:孔径为 $5\mu m \sim 15\mu m$ 。

5.5.1.3.2 电热恒温干燥箱:温度可控制在 $(180 \pm 5)^\circ C$ 或 $(250 \pm 10)^\circ C$ 。

5.5.1.4 分析步骤

5.5.1.4.1 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 5 mL 盐酸和少量水,盖上表面皿,煮沸

10 min。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,加入试剂的量与制备试验溶液时完全相同,并与试验溶液同时进行同样的处理。

5.5.1.4.3 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 的烧杯中。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 5 次,每次用水约 30 mL。最后将沉淀移入坩埚中,再用水洗涤沉淀 4 次。将玻璃砂坩埚连同沉淀置于恒温干燥箱中,从温度稳定时计时。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。

5.5.1.5 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:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.044\ 28}{m \times 10/500} \times 100 = \frac{221.4(m_1 - m_2)}{m} \quad (1)$$

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_2 ——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 ——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。

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 %。

5.5.2 容量法

5.5.2.1 方法提要

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。

5.5.2.2 试剂

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

5.5.2.2.2 百里香酚酞指示液:1 g/L。

5.5.2.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,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变为浅蓝色即为终点。

5.5.2.4 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(2)计算:

$$w_1 = \frac{VcM/1\ 000}{m} \times 100 \quad (2)$$

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);

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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

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

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 %。

5.6 硫酸盐含量的测定

5.6.1 原理

在盐酸介质中,试样中的硫酸根与加入的氯化钡形成沉淀,在 440 nm 处用分光光度计测定其浊

度。采用工作曲线法确定试样中的硫酸盐含量。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 95 %乙醇。

5.6.2.2 盐酸溶液:1+3。

5.6.2.3 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液:250 g/L。

5.6.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸根(SO_4)0.1 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配置的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

5.6.2.5 缓冲溶液。

取 40 g 氯化镁($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),4.1 g 醋酸钠,0.83 g 硝酸钾和 28 mL 乙醇,用水溶解后稀释至 1 000 mL。

5.6.3 仪器

分光光度计:配备有 1 cm 比色皿。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 工作曲线的绘制

分别取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 硫酸盐标准溶液于一系列 50 mL 容量瓶中。加入 2 mL 盐酸溶液、10 mL 缓冲溶液和 3 mL 氯化钡溶液,稀释至刻度,摇匀。放置 10 min,用 1 cm 比色皿在波长 440 nm 处测定其吸光值。以硫酸根(SO_4)的质量(mg)为横坐标,对应的吸光值为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6.4.2 测定

称取 1.0 g~1.5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 50 mL 容量瓶中(控制其中的硫酸根含量在工作曲线范围内,如果试样中硫酸根含量过高应进行稀释)。加入 2 mL 盐酸和 10 mL 缓冲溶液,加入 3 mL 氯化钡溶液,稀释至刻度,摇匀。放置 10 min,在波长 440 nm 处测定浊度。

5.6.5 结果计算

硫酸盐含量以硫酸根(SO_4)的质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \text{..... (3)}$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得硫酸根的质量的数值,单位为毫克(mg);

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为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001 %。

5.7 氯化物含量的测定

5.7.1 方法提要

在硝酸性介质中,试样中氯化物与加入的硝酸银形成氯化银白色沉淀,通过与标准比浊液比较,确定试样中的氯化物含量。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 硝酸溶液:1+2。

5.7.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

5.7.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.010 mg,即用即配。

用移液管取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.3 分析步骤

优等品称取(4.00±0.01) g 试样,一等品称取(2.00±0.01) g 试样、合格品称取(1.00±0.01) g

试样,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。试验溶液的浊度不大于标准比浊液。

氯化物标准比浊液的制备:用移液管移取 2 mL 氯化物标准溶液置于 25 mL 比色管中,与试样同时同样处理。

5.8 铁含量的测定

5.8.1 分光光度法(仲裁法)

5.8.1.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 中第 3 章。

5.8.1.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 中第 4 章。

5.8.1.3 仪器

同 GB/T 3049—2006 中第 5 章。

5.8.1.4 分析步骤

5.8.1.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6.3 条的规定,使用 2 cm 的比色皿及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

5.8.1.4.2 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 容量瓶中,加水至约 60 mL,用盐酸溶液或氨水溶液调节溶液 pH 接近 2(用精密 pH 试纸检验)。加 1 mL 抗坏血酸溶液,10 mL 缓冲溶液,10 mL 菲啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.1.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他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的处理。

5.8.1.4.4 测定

取试验溶液和空白试验溶液,选用 2 cm 比色皿,按 GB/T 3049—2006 第 6.3.3 条的规定测量吸光度。从试验溶液的吸光度中减去空白试验溶液的吸光度,根据工作曲线查出试验溶液中铁的质量。

5.8.1.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中铁的的质量的数值,单位为毫克(mg);

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为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2 %。

5.8.2 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)法

5.8.2.1 试剂

5.8.2.1.1 硝酸溶液:1+1。

5.8.2.1.2 水:符合 GB/T 6682—1992 中规定的二级水。

5.8.2.2 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.8.2.3 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,用水稀释到刻度,摇匀。在 ICP 光谱仪上选择 Fe 曲线进行测定。

5.8.2.4 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (5)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

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为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.0002%。

5.9 镁含量的测定

5.9.1 原子吸收光谱法

5.9.1.1 方法提要

试样溶液加入铜盐消除铝、磷等共存离子的干扰,在稀硝酸介质中,使用乙炔-空气火焰,于火焰原子吸收光谱仪波长285.2 nm处测量吸光度,以工作曲线法求出镁含量。

5.9.1.2 试剂

5.9.1.2.1 硝酸(高纯)溶液:1+1。

5.9.1.2.2 氯化铜(高纯)溶液:100 g/L。

5.9.1.2.3 镁标准溶液:1 mL溶液含镁(Mg)0.010 mg。

用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2配制的镁标准溶液,置于1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液即用即配。

5.9.1.2.4 水:符合GB/T 6682—1992中规定的二级水。

5.9.1.3 仪器

5.9.1.3.1 一般实验仪器。

5.9.1.3.2 原子吸收光谱仪:配有镁空心阴极灯。

5.9.1.4 分析步骤

5.9.1.4.1 工作曲线的绘制

准确移取0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL镁标准溶液,分别置于一系列100 mL容量瓶中,加入2.0 mL硝酸溶液、5.0 mL氯化铜溶液,用水稀释至刻度,混匀。将原子吸收光谱仪工作参数调至最佳,使用乙炔-空气火焰、镁空心阴极灯,于波长285.2 nm处,以水调零,测量标准溶液的吸光度。以镁的质量(mg)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.9.1.4.2 测定

称取约1 g试样,精确至0.01 g。置于100 mL容量瓶中,加入2.0 mL硝酸溶液、5.0 mL氯化铜溶液,用水稀释至刻度,混匀。同时做空白试验。将火焰原子吸收光谱仪工作参数调至最佳,使用乙炔-空气火焰、镁空心阴极灯,于波长285.2 nm处,以水调零,测量试样溶液的吸光度。将所得的吸光度减去空白试验溶液的吸光度,在工作曲线上查出对应的镁的质量。

5.9.1.5 结果计算

镁含量以镁(Mg)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (6)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中镁的质量的数值,单位为毫克(mg);

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为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.0002%。

5.9.2 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)法

5.9.2.1 试剂

5.9.2.1.1 硝酸溶液:1+1。

5.9.2.1.2 水:符合 GB/T 6682—1992 规定的二级水。

5.9.2.2 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.9.2.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g。置于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,用水稀释到刻度,摇匀。在 ICP 光谱仪上选择 Mg 工作曲线进行测定。

5.9.2.4 结果计算

镁含量以镁(Mg)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (7)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中镁的质量的数值,单位为毫克(mg);

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为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2 %。

5.10 砷含量的测定

5.10.1 方法提要

同 GB/T 610.1—1988 中第 3 章。

5.10.2 试剂

同 GB/T 610.1—1988 中第 4 章。

砷标准溶液:1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液即用即配。

5.10.3 仪器

同 GB/T 610.1—1988 第 5 章。

5.10.4 分析步骤

称取适量试样(砷的质量在 1 μ g 左右),精确至 0.01 g,置于广口瓶中,以下操作按 GB/T 610.1—1988 第 6 章规定的方法进行测定。

砷标准色阶的制备:移取适量的砷标准溶液置于广口瓶中,配制成标准系列,与试样同时同样处理。

5.10.5 结果计算

砷含量以砷(As)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_5 = \frac{V \times 0.000\ 001}{m} \times 100 \quad (8)$$

式中:

V ——与试样砷斑相当的砷标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

0.000 001——砷标准溶液中含砷的质量数值,单位为每毫升克(g/mL)。

5.11 重金属含量的测定

5.11.1 原理

在酸性介质中,试样中的重金属离子与硫作用生成棕黄色硫化物胶体微粒,通过与标准比色液比较,确定试样中重金属含量。

5.11.2 试剂

5.11.2.1 氨水溶液:1+9。

5.11.2.2 冰乙酸溶液:1+16。

5.11.2.3 硫化钠溶液。

5.11.2.4 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.001 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配置的铅标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液即用即配。

5.11.3 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 15 mL 试验溶液,置于 50 mL 比色管中,用氨水溶液调节至 pH 接近 5(用精密 pH 试纸检验)。用水稀释至 35 mL,加 5 mL 冰乙酸溶液和 3 滴硫化钠溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min,与铅标准比色液比较。

铅标准比色液的配制:用移液管移取 5 mL 试样溶液,加适量的铅标准溶液,稀释至 35 mL,以下与同体积试样同时同样处理。

5.11.4 结果计算

重金属含量以铅(Pb)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_2 = \frac{V \times 0.000\ 001}{m \times (15 - 5) / 100} \times 100 \dots \dots \dots (9)$$

式中:

V ——与试料色度相当的铅标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

0.000 001——铅标准溶液中铅的质量数值,单位为每毫升克(g/mL)。

5.12 钙含量的测定

5.12.1 原子吸收光谱法

5.12.1.1 方法提要

样品在稀硝酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处测量其吸光度,以工作曲线法求出钙含量。

5.12.1.2 试剂

5.12.1.2.1 硝酸(高纯)。

5.12.1.2.2 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.010 mg。

用移液管取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液即用即配。

5.12.1.2.3 氯化镧(高纯)溶液:100 g/L。

5.12.1.2.4 水:符合 GB/T 6682—1992 规定的二级水。

5.12.1.3 仪器

原子吸收光谱仪,配有钙空心阴极灯。

5.12.1.4 分析步骤

5.12.1.4.1 工作曲线的绘制

准确移取 0.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL 钙标准溶液,分别置于一系列 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 硝酸溶液和 5.0 mL 氯化镧溶液,用水稀释至刻度,混匀。将原子吸收光谱仪工作参数调至最佳,使用乙炔-空气火焰、钙空心阴极灯,于波长 422.7 nm 处,以水调零,测量标准溶液的吸光度。以钙的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.12.1.4.2 测定

称取约 3 g 试样,精确至 0.001 g。置于 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 硝酸溶液和 5.0 mL 氯化镧溶液,用水稀释至刻度,混匀。同时做空白试验。

将火焰原子吸收光谱仪工作参数调至最佳,使用乙炔-空气火焰、钙空心阴极灯,于波长 422.7 nm

处,以水调零,测量试样溶液的吸光度。将所得的吸光度减去空白试验溶液的吸光度,在工作曲线上查出相应的钙的质量。

5.12.1.5 结果计算

钙含量以钙(Ca)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中钙的质量的数值,单位为毫克(mg);

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为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值之大于0.0002%。

5.12.2 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)法

5.12.2.1 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.12.2.2 试剂

5.12.2.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.12.2.2.2 水:符合GB/T 6682—1992规定的二级水。

5.12.2.3 分析步骤

称取约3g样品,精确至0.0002g。置于100mL容量瓶中,加入5mL硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在ICP光谱仪上选择Ca曲线进行测定。

5.12.2.4 结果计算

钙含量以钙(Ca)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中钙的质量的数值,单位为毫克(mg);

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为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值之大于0.0002%。

5.13 氟化物的测定

5.13.1 方法提要

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直接测量溶液的电极电位,采用工作曲线法测定氟的含量。

5.13.2 试剂

5.13.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.13.2.2 硝酸溶液:1+5。

5.13.2.3 氢氧化钠溶液:200g/L。

5.13.2.4 柠檬酸-柠檬酸三钠缓冲溶液:pH≈5.5。

5.13.2.5 溴甲酚绿指示液:1g/L。

5.13.2.6 氟化物标准溶液:1mL溶液含氟(F)0.020mg。

用移液管取2mL按HG/T 3696.2配制的氟化物标准溶液,置于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液即用即配。

5.13.3 仪器

5.13.3.1 氟离子选择电极。

5.13.3.2 饱和甘汞电极。

5.13.3.3 电位计:精度为 2 mV/格。

5.13.3.4 电磁搅拌器。

5.13.4 分析步骤

5.13.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL 氟标准溶液,分别置于一系列 50 mL 容量瓶中,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成蓝色,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,混匀。将溶液倒入 50 mL 干燥的烧杯中。置于电磁搅拌器上,插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极,连接电位计,搅拌片刻,进行测量,记录平衡时的电位值,以氟(F)的质量(mg)对数值为横坐标,相应的电位值为纵坐标,绘制工作曲线。

5.13.4.2 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样,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。

5.13.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 50 mL 容量瓶中,以下操作按(5.13.4.1)条中从“加入 1 mL 盐酸溶液……”开始,至“……记录平衡时的电位值。”为止进行。从工作曲线上查出相应的氟离子浓度的对数,查反对数得到氟质量。

5.13.5 结果计算

氟化物含量以氟(F)的质量分数 w_F 计,数值以%表示,按式(12)计算:

$$w_F = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \quad (12)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中氟的质量的数值,单位为毫克(mg);

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为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.0005 %。

5.14 总有机碳的测定

5.14.1 原理

试样中有机碳,在过硫酸盐和紫外光的作用下,被氧化为二氧化碳,用 TOC 分析仪测定总碳含量。

5.14.2 试剂

5.14.2.1 无二氧化碳蒸馏水或高纯水。

5.14.2.2 邻苯二甲酸氢钾标准溶液:1 mL 溶液含碳(C)1.0 mg;

称取在 120 °C 干燥 2 h 的基准试剂邻苯二甲酸氢钾 2.1254 g,加入水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶内,用水稀释至刻度,摇匀。

5.14.2.3 高纯氮气:纯度 99.999 %。

5.14.3 仪器

有机碳(TOC)分析仪。

5.14.4 测定步骤

5.14.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 的邻苯二甲酸氢钾标准溶液,置于 100 mL 的容量瓶中,用高纯水定容到刻度,摇匀。用 TOC 分析仪器制定工作曲线。

5.14.4.2 测定

称取约 3 g 样品,精确至 0.0001 g。置于 100 mL 容量瓶中,用纯水稀释至刻度,摇匀。用 TOC 分析仪测定。

5.14.5 结果计算

有机碳含量以碳(C)的质量分数 w_{10} 计,数值以%表示,按式(13)计算:

$$w_{10} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (13)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中的有机碳的质量的数值,单位为毫克(mg);

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为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值之大于0.0002%。

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120 t。

6.3 按GB/T 6678—2003第6.6条规定确定采样单元数。采样时将采样器垂直插入包装容器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、等级、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 工业湿法净化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净化磷酸进行验收,验收时间在货到之日起一个月内进行。

6.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装桶中采样检验,复验的结果即使只有一项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 包装桶上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、批号或生产日期、净含量、本标准编号以及GB 190—1990中规定的标志21“腐蚀品”标志。

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、等级、净含量、批号、生产日期、产品质量符合本标准的要求和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业湿法净化磷酸应装入塑料桶中。桶口必须加内盖和外盖严密封闭。每桶净含量35 kg。也可以根据用户需求,供需协商。

8.2 工业湿法净化磷酸在运输过程中,要轻提轻放。严禁烈日曝晒和猛烈撞击,以防容器破裂。

8.3 工业湿法净化磷酸在贮存过程中,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:155026·0657

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