

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

(征求意见稿)

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：

- 调整了产品的适用范围（见第1章，2008年版的第1章）；
- 增加了产品的规格（见第5章）；
- 修改了产品外观的描述；
- 修改了标志、标签的要求（见第8章，2008年版的第6章）；
- 修改了包装、运输、贮存的要求（见第9章，2008年版的第7章）；

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：。

本文件主要起草人：。

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 4068—2008。

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。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—2003 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 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

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：浅色或褐色略浑浊液体。

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

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。

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 电烘箱：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 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。

6.3.4.2 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，并与试样同时进行同样的处理。

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。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 $75\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ ，保温 30 s，取出冷却至室温（冷却过程中搅拌 3~4 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 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 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。

6.3.5 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，按式（2）计算：

$$w_1 \frac{0.03207(m_1 - m_0)}{m(10/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

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的质量的数值，单位为克（g）；

m —— 试料的的质量的数值，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

用已知质量的布氏漏斗进行过滤，称量滤渣的质量。

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 滤纸：中速定量滤纸。

6.5.2.3 布氏漏斗：100 mL。

6.5.3 试验步骤

用干燥洁净的烧杯称取 $50\text{ g}\pm 0.5\text{ g}$ 样品，精确至 0.1 g。置于 150 mL 烧杯中，加水至约 100 mL，搅拌均匀。用铺有已知质量滤纸的布氏漏斗进行抽滤，并用水洗涤烧杯 3 次~4 次，使烧杯中的固态杂质全部转移至布氏漏斗中，并用水洗至中性（用精密 pH 试纸检验）。取出布氏漏斗中的滤纸，置于在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的培养皿中，于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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，按式（4）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots (4)$$

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_0 ——过滤前的滤纸和培养皿的质量的数值，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类型、同一级别的工业湿法粗磷酸为一批，每批产品不超过 500 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、类型、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。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 工业湿法粗磷酸的贮存应符合 GB 15603 的规定。
