



中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

高纯工业品 红磷

High purity industrial product—Red phosphorus

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - 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 第一部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：贵阳精一科技有限公司、贵州理工学院、云南江磷集团股份有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司等。

本文件主要起草人：张建刚、舒骁骥、万俊成、弓创周、安晓英、丁灵等。

高纯工业品 红磷

警告：根据 GB 12268—2012 第 6 章的规定，高纯工业品红磷属于 4.1 项易燃固体，与氧化剂混合能形成爆炸性混合物。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

本文件规定了高纯工业品红磷的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于高纯工业品红磷。

注：该产品用作磷化物半导体材料、IC 掺杂磷源、MBE 源材料及光伏掺杂源等。

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 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11446.1—2013 电子级水

GB 12268—2025 危险货物品名表

GB/T 25915.1—2021 洁净室及相关受控环境 第 1 部分：按粒子浓度划分空气洁净度等级

GB/T 30903—2014 无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-MS）

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：P

相对分子质量：30.97（按2022年国际相对原子质量）

5 分类

高纯工业品红磷分为三种型号：

- I 型（5N），纯度（基于阳离子）不小于 99.999 %，主要用作光伏掺杂源；
- II 型（6N），纯度（基于阳离子）不小于 99.999 9 %，主要作磷化物半导体材料、IC 掺杂磷源；
- II 型（6.5N），纯度（基于阳离子）不小于99.999 95 %，主要用作MBE源材料。

6 要求

6.1 外观：暗紫红色颗粒或红色粉末。

6.2 高纯工业品红磷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		
	I 型（5N）	II 型（6N）	III 型（6.5N）
红磷（P）纯度（基于杂质元素），w/%	≥ 99.999	99.9999	99.99995
锂（Li），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
钠（Na），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
镁（Mg），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
铝（Al），w/（μg/kg）	≤ 200	20	20
钾（K），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
钙（Ca），w/（μg/kg）	≤ 200	20	20
钛（Ti），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
铬（Cr），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
锰（Mn），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
铁（Fe），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
钡（Ba），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
钴（Co），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
镍（Ni），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
铜（Cu），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
锌（Zn），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
铅（Pb），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
银（Ag），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
锡（Sn），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
镉（Cd），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10
锑（Sb），w/（μg/kg）	≤ 200	20	10

铋 (Bi), $w/(\mu\text{g/kg})$	\leq	200	20	10
硅 (Si), $w/(\mu\text{g/kg})$	\leq	500	200	200
硼 (B), $w/(\mu\text{g/kg})$	\leq	200	20	10
硫 (S), $w/(\mu\text{g/kg})$	\leq	500	100	50
砷 (As), $w/(\mu\text{g/kg})$	\leq	500	100	40
氟 (F), $w/(\mu\text{g/kg})$	\leq	200	20	10
氯 (Cl), $w/(\mu\text{g/kg})$	\leq	200	20	10
溴 (Br), $w/(\mu\text{g/kg})$	\leq	200	20	10
碘 (I), $w/(\mu\text{g/kg})$	\leq	200	20	10
密度 (g/cm^3)	\geq	1.7	2.0	2.0

7 试验方法

7.1 一般规定

本文件所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指优级纯试剂和符合 GB/T 11446.1—2013 表 1 中规定的 I 级电子水 (EW-I)。

试验中所用的杂质标准溶液应使用有证标准物质配制。

电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 操作应在不低于 GB/T 25915.1—2021 表 1 中规定的 ISO 6 级的实验室中进行,其溶液配置及样品处理宜在不低于 GB/T 25915.1—2021 表 1 中规定的 ISO 5 级的实验室中进行。

7.2 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

7.3 红磷纯度的测定

红磷纯度以红磷 (P) 的质量分数 w_1 计,按公式 (1) 计算:

$$w_1 = 100\% - \sum (w_i \times 10^{-9}) \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_i ——由 7.4 和 7.5 测得待测杂质元素含量。

7.4 锂、钠、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钡、钴、镍、铜、锌、铅、银、锡、镉、铋、铈、硅、硼、硫、砷含量的测定

7.4.1 原理

同 GB/T 30903—2014 中第 4 章。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 硝酸:符合 GB/T 30903—2014 中 5.1 的规定。

7.4.2.2 硝酸溶液：1+33，硝酸应符合 GB/T 30903—2014 中 5.1 的规定。

7.4.2.3 混合标准溶液 I：1 mL 溶液含铝（Al）、钛（Ti）、铬（Cr）、锰（Mn）、铁（Fe）、钡（Ba）、钴（Co）、镍（Ni）、铜（Cu）、锌（Zn）、铅（Pb）、银（Ag）、锡（Sn）、镉（Cd）、锑（Sb）、铋（Bi）、硅（Si）、硼（B）、硫（S）、砷（As）各 1 μg。

该溶液现用现配。

7.4.2.4 混合标准溶液 II：1 mL 溶液含锂（Li）、钠（Na）、钾（K）、镁（Mg）、钙（Ca）各 1 μg。

该溶液现用现配。

7.4.3 仪器设备

电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 标准曲线的绘制

移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 混合标准溶液 I 或者混合标准溶液 II（混合标准溶液加入量也可根据元素含量的不同，区别加入），分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。以下按照 GB/T 30903—2014 中“7.4.3.1”规定的方法测定。

7.4.4.2 试验

称取约 5.0 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 100 mL 烧杯中，加入少量水润湿，加入 10 mL 硝酸进行反应后，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。按照 GB/T 30903—2014 中“7.4.3.1”规定的方法测定。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

7.4.5 试验数据处理

待测杂质元素含量以待测杂质元素的质量分数 w_i 计，数值以微克每千克（μg/kg）按公式（2）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_{i0}) \times 100}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

ρ_i ——从标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为纳克每毫升（μg/mL）；

ρ_{i0} ——从标准曲线上查出空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为纳克每毫升（μg/mL）；

m ——试样质量的数值，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算术平均值的

30 %。

7.5 氟、氯、溴、碘含量的测定

7.5.1 原理

样品中氟离子、氯离子、溴离子、碘离子经色谱柱分离，用电导检测器进行检测，以峰面积外标法计算出氟离子、氯离子、溴离子、碘离子含量。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 30 %过氧化氢。

7.5.2.2 混合标准溶液：1 mL 溶液含氟、氯、溴、碘各 0.1 μg。

该溶液现用现配。

7.5.3 仪器设备

离子色谱仪。

7.5.4 试验步骤

7.5.4.1 标准曲线的绘制

移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、5.00 mL 混合标准溶液（混合标准溶液加入量也可根据元素含量的不同，区别加入），分别置于 6 个 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

将离子色谱仪调整至最佳工作状态，按仪器操作参考条件进行测定，以每个标准溶液中待测元素的质量浓度（μg/mL）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，分别绘制各待测元素标准曲线。

离子色谱仪操作参考条件如下：

- 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或其他等效色谱柱；
- 抑制器：连续自动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 35 ℃；
- 进样体积：200 μL；
- 淋洗液流速：0.7 mL/min；
- 淋洗液：氢氧化钾溶液，梯度淋洗。淋洗液梯度淋洗程序见表 2。

表 2

时间/min	氢氧化钾溶液的浓度 c (KOH) / (mmol/L)
0.0	12
20.0	12
20.1	50
30.0	50

30.1	12
40.0	12

7.5.4.2 试验

称取适量试样（Ⅰ型 1.0 g，Ⅱ型、Ⅲ型 10.0 g）（精确至 0.000 2 g），置于 100 mL 烧杯中，加入少量水润湿，加入 10 mL 30 % 过氧化氢进行反应后，全部转移至 10 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后，用 0.22 μm 滤膜过滤后，在离子色谱仪上，按离子色谱仪操作参考条件测定试验溶液中各待测元素的峰面积，根据各待测元素的峰面积，分别从标准曲线上查得各待测元素的质量浓度（μg/mL）。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

7.5.5 试验数据处理

待测杂质元素含量以待测杂质元素的质量分数 w_i 计，数值以微克每千克（μg/kg）按公式（3）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_{i0}) \times 10}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_i ——从标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为纳克每毫升（μg/mL）；

ρ_{i0} ——从标准曲线上查出空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为纳克每毫升（μg/mL）；

m ——试样质量的数值，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算术平均值的 30 %。

7.6 密度的测定

称取约 20.0 试样（精确至 0.01 g），按照 GB/T 4472—2011 中 4.2.3 规定的方法进行测定。
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 0.1 g/cm³。

8 检验规则

- 8.1 本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。
- 8.2 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高纯工业品红磷为一批。每批产品不超过 500 kg。
- 8.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器插入至容器深度的 3/4 处采样，将采得的样品混匀，总量不少于 50 g，分装于两个清洁干燥的玻璃瓶中，密封。并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间由生产企业根据需要确定。

8.4 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

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

9 标志、标签和随行文件

9.1 高纯工业品红磷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、型号、净含量、批号或生产日期、本文件编号及 GB 190 规定的“易燃固体”标签和 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”“怕晒”标志。

9.2 每批出厂的高纯工业品红磷产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 高纯工业品红磷采用高硼硅玻璃瓶包装，每瓶净含量为 0.5 kg、1 kg，也可根据用户要求的规格进行包装。

10.2 高纯工业品红磷在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮、受热、暴晒和撞击，不应与氧化性物质和有机过氧化物混运。

10.3 高纯工业品红磷应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮、受热、撞击，不应与氧化性物质和有机过氧化物混贮。
