ICS 71.060.30
G 11

中华人民共和国国家标准

GB/T 2091—2008
代替 GB/T 2091—2003

工业磷酸

Phosphoric acid for industry use

2008-04-01 发布　　2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　言

本标准修改采用日本标准 JIS K 1449:1978(1988 年确认)《磷酸》(日文版)。

本标准根据日本标准 JIS K 1449:1978(1988 年确认)《磷酸》重新起草。

考虑到我国国情,在采用 JIS K 1449:1978 时,本标准做了一些修改,有关技术性差异及结构性差异已编入正文中,并在它们涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。附录 A 和附录 B 中给出了这些技术性差异及结构性差异及原因的一览表以供参考。

本标准代替 GB/T 2091—2003。

本标准与 GB/T 2091—2003 的主要差异:

——合格品的重金属质量分数的指标参数由 0.05%修改为 0.005%(2003 版 4.2,本版 5.2);

——修改了氯化物和重金属试验方法;

——增加了附录 A 和附录 B。

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

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/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:湖北兴发化工集团股份有限公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:李光明、王相森、熊萍、万金铸、杨正勇。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 2091—1980、GB/T 2091—1992、GB/T 2091—2003。

工 业 磷 酸

1 范围

本标准规定了工业磷酸的分类要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于以工业黄磷为原料生产的工业磷酸。该产品主要用于电镀、磷化液和工业磷酸盐的生产。

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 605—2006，ISO 6353-1:1982，EQV)

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷含量的测定(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-菲啰啉分光光度法(ISO 6685:1982，IDT)

GB/T 6678 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制剂及制品的制备

3 分子式、分子量

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 产品分类

工业磷酸分两种规格：85%磷酸和 75%磷酸。

5 要求

5.1 外观：无色透明或略带浅色的稠状液体。

5.2 工业磷酸应符合表 1 要求。

表 1 要求

项目		指标					
		85%磷酸			75%磷酸		
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
色度/黑曾	≤	20	30	40	20	30	40
磷酸(H_3PO_4),w/%	≥	85.0	85.0	85.0	75.0	75.0	75.0
氯化物(以 Cl 计),w/ %	≤	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5
硫酸盐 (以 SO_4 计),w/%	≤	0.003	0.005	0.01	0.003	0.005	0.01
铁(Fe),w/%	≤	0.002	0.002	0.005	0.002	0.002	0.005
砷(As),w/%	≤	0.000 1	0.005	0.01	0.000 1	0.005	0.01
重金属(以 Pb 计),w/%	≤	0.001	0.001	0.005	0.001	0.001	0.005

6 试验方法

6.1 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。

6.2 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。试验中所用标准滴定溶液、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。

6.3 外观判定

在自然光条件下用目视法进行判定。

6.4 色度测定

按 GB/T 605 规定方法进行测定。

6.5 磷酸含量的测定

6.5.1 重量法(仲裁法)

6.5.1.1 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。

6.5.1.2 试剂

6.5.1.2.1 盐酸;

6.5.1.2.2 喹钼柠酮溶液。

6.5.1.3 仪器

6.5.1.3.1 玻璃砂坩埚:孔径为 5 μm～15 μm;

6.5.1.3.2 电烘箱:温度能控制在 180℃±5℃或 250℃±10℃。

6.5.1.4 分析步骤

6.5.1.4.1 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。

6.5.1.4.2 空白溶液的制备

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处理。

6.5.1.4.3 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 烧杯中,加水至总体积约

100 mL。加 35 mL 喹钼柠酮溶液，盖上表面皿，于水浴中加热至杯内物温度达 75℃±5℃，保持 30 s(加热时不得用明火，加试剂或加热时不能搅拌，以免生成凝块)。冷却至室温，冷却过程中搅拌 3～4 次。用预先在 180℃±5℃或 250℃±10℃干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤上层清液，用倾析法洗涤沉淀 5～6 次，每次用水约 20 mL。将沉淀转移至玻璃砂坩埚中，继续用水洗涤 3～4 次。将玻璃砂坩埚置于 180℃±5℃的电热干燥箱中，烘 45 min 或 250℃±10℃烘 15 min，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至 0.000 2 g。

6.5.1.5 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：

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

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数值。

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%。

6.5.2 容量法

6.5.2.1 方法提要

以百里香酚酞为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定磷酸，以确定磷酸的含量。

6.5.2.2 试剂

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

6.5.2.2.2 百里香酚酞指示液：1 g/L。

6.5.2.3 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。

6.5.2.4 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：

$$w_1 = \frac{(V/1\ 000)c\,M}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots(2)$$

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$\left(\frac{1}{2}H_3PO_4\right)$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%。

6.6 氯化物含量的测定

6.6.1 方法提要

在硝酸介质中，试样中的氯化物与加入的硝酸银形成氯化银沉淀，通过与标准比浊液比较，确定试样中氯化物的含量。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 硝酸溶液：1+2。

6.6.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

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

用移液管移取 1 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。

6.6.3　分析步骤

称取 4.00 g±0.01 g 试样，置于 25 mL 比色管中。加水至体积约 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 后，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 2.0 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。

6.7　硫酸盐含量的测定

6.7.1　方法提要

在盐酸介质中，试样中硫酸根与加入的氯化钡形成沉淀，通过与标准比浊液比较，确定试样中硫酸盐含量。

6.7.2　试剂

6.7.2.1　乙醇：95%(体积分数)；

6.7.2.2　盐酸溶液：1+3；

6.7.2.3　氯化钡($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)溶液：250 g/L；

6.7.2.4　硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)0.010 mg，即用即配。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.3　分析步骤

优等品、一等品称取 1.00 g±0.01 g 试样，合格品称取 0.50 g±0.01 g 试样，置于 25 mL 比色管中，加 10 mL 水、5 mL 乙醇、1 mL 盐酸溶液，在不断摇动下滴加 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，与硫酸盐标准比浊液比较。

硫酸盐标准比浊液的制备：优等品是移取 3.0 mL 硫酸盐标准溶液，一等品和合格品是移取5.0 mL 硫酸盐标准溶液，置于 25 mL 比色管中，与试样同时同样处理。

6.8　铁含量的测定

6.8.1　方法提要

同 GB /T 3049—2006 第 3 章。

6.8.2　试剂

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.8.3　仪器

同 GB/T 3049—2006 第 5 章。

6.8.4　分析步骤

6.8.4.1　工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定，使用 2 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液，绘制工作曲线。

6.8.4.2　试验溶液的制备

称取约 3 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、20 mL 缓冲溶液、10 mL 邻菲啰啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.4.3　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处理。

6.8.4.4 测定

取试验溶液和空白试验溶液，选用 2 cm 吸收池，按 GB/T 3049—2006 中 6.3.3 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。

6.8.5 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(3)计算：

$$w_2 = \frac{m_1}{m \times 10^3} \times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

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 0.000 2%。

6.9 砷含量的测定

6.9.1 方法提要

同 GB/T 610.1—1988 中第 3 章。

6.9.2 试剂

同 GB/T 610.1—1988 中第 4 章。

6.9.2.1 砷标准溶液：1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg，即用即配。

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。

6.9.3 仪器

同 GB/T 610.1—1988 中第 5 章。

6.9.4 分析步骤

优等品称取 1.00 g±0.01 g 试样，置于测砷仪的广口瓶或三角瓶中；一等品和合格品是称取 1.00 g±0.01 g 试样，置于 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度，摇匀。一等品用移液管移取 2 mL 试液，合格品用移液管移取 1 mL 试液，置于测砷仪的广口瓶或三角瓶中；以下操作按 GB/T 610.1—1988 中第 6 章规定的方法进行测定。试验溶液的砷斑不得深于标准。

砷标准溶液是用移液管移取 1 mL 砷标准溶液，置于测砷仪的广口瓶或三角瓶中；与试样同时同样处理。

6.10 重金属含量的测定

6.10.1 方法提要

在酸性介质中，试样中的重金属离子与硫化钠作用生成棕黄色，通过与标准比色液比较，确定试样中重金属的含量。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 氨水溶液：1+9；

6.10.2.2 冰乙酸溶液：1+16；

6.10.2.3 硫化钠溶液；

6.10.2.4 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅(Pb)0.001 mg，即用即配。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.10.3 分析步骤

6.10.3.1 试验溶液的制备

称取 10.0 g±0.01 g 试祥，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.10.3.2 测定

用移液管移取 6 mL 试验溶液(合格品是用移液管移取 2 mL 试验溶液),置于 50 mL 比色管中,用氨水溶液调节 pH 接近 5(用精密 pH 试纸检验)。用水稀释至 35 mL,加 5 mL 冰乙酸和 2～3 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。试液的色度不深于标准。

铅标准比色液的配制:用移液管移取 1 mL 试验溶液和 5 mL 铅标准溶液,置于 50 mL 比色管中,与试样同时同样处理。

7 检验规则

7.1 本标准要求中所列指标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工业磷酸为一批,每批产品不得大于 120 t。

7.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装桶深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,样品不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封。并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、规格、等级、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,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

7.4 工业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。

7.5 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业磷酸进行验收,验收时间在货到之日起 30 天之内进行。

7.6 检验结果如有指标不符合本标准要求,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标准的要求时,则整批产品为不合格。

7.7 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。

8 标志、标签

8.1 工业磷酸包装桶上应有牢固、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、批号或生产日期和本标准编号,以及 GB 190—1990 规定的标志 21“腐蚀品”标志。

8.2 每批出厂的工业磷酸都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、规格、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业磷酸应用聚乙烯塑料桶包装,每桶净含量 35 kg。用户有特殊要求,供需协商。

9.2 工业磷酸在运输过程中,要轻提轻放。严禁烈日晒和猛烈撞击,以防容器破裂。

9.3 工业磷酸贮存于干燥通风的库房内,严禁与碱类物品同仓共储。

附 录 A
（资料性附录）
本标准与日本标准的技术性差异

表 A.1 给出了本标准与日本标准 JIS K 1449:1978(1988 年确认)《磷酸》(日文版)技术性差异的一览表。

表 A.1 本标准与日本标准 JIS K 1449:1978 技术性差异

本标准的章条编号	技术性差异	原 因
4	日本标准按质量分数分三类 89%、85%、75%。国家标准只规定了 85%酸和 75%酸。	根据我国生产情况，目前生产 89%磷酸产品厂家较少，还没有达到批量，所以本次修订不增加 89%酸。
5.2	日本标准没有色度，国家标准增加了色度指标项目和参数。	根据用户要求，增加了色度指标。
5.2	标准要求中的部分指标参数进行了调整。	对一等品和合格品的个别指标参数适当放宽。
6.4	增加了色度检测方法。	采用国家标准通用方法。
6.5.1	磷酸含量测定增加了重量法。	该方法是国际标准方法，也是测定磷含量的国家标准通用方法。
6.7	日本标准测定硫酸盐是重量法。国家标准改为比浊法。	重量法测定时间长，比浊法测定简便、快速、准确。
6.8	日本标准测定铁含量是巯基乙酸比色法。国家标准改为邻菲啰啉分光光度法。	邻菲啰啉分光光度法是国际标准通用方法，也是国家标准，本标准等同采用。

附 录 B
（资料性附录）
本标准与日本标准结构性差异

表 B.1 给出本标准与日本标准 JIS K 1449:1978(1988 年确认)《磷酸》(日文版)结构性差异的一览表。

表 B.1 本标准与日本标准 JIS K 1449:1978 结构性差异

本 标 准		日 本 标 准	
章节	内容	章节	内容
前言	前言		—
1	范围	1	适用范围
2	规范性引用文件		—
3	分子式	2	规格
4	分类	3	技术指标
5	要求	4	采样方法
6	试验方法	5	试验方法
7	检验规则		—
8	标志、标签		—
9	包装、运输、贮存		—

GB/T 2091-2008

版权专有 侵权必究

*
书号:155066·1-31709
定价: 14.00 元