

ICS 71.060.50
G 12
备案号: 65263—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5330—2018

工业用硫代磷酰氯 (三氯硫磷)

Thiophosphoryl chloride for industrial use

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会氯碱分技术委员会 (SAC/TC63/SC6) 归口。

本标准起草单位：徐州市建平化工有限公司、锦西化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：李富荣、高旭东、陈沛云、殷浩、刘海芹、荣兴。

工业用硫代磷酰氯（三氯硫磷）

警示：产品属于剧毒品，具有强腐蚀性和刺激性。使用本标准的人员应有正规实验室经验。本标准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

本标准规定了工业用硫代磷酰氯的要求、采样、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及安全。

本标准适用于以三氯化磷与硫黄反应制得的工业用硫代磷酰氯。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 包装储运图示标志

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

3 分子式和相对分子质量

分子式： PSCl_3 。

相对分子质量：169.42（按 2016 年国际相对原子质量）。

4 要求

按第 6 章给出的试验方法测定，物化要求应符合表 1 的规定。

表 1 物化要求

序号	项 目	指 标			试验方法
		优等品	一等品	合格品	
1	外观	无色或浅黄色油状液体			6.1
2	硫代磷酰氯 $w/\%$	≥ 98.5	98.0	97.5	6.2
3	三氯化磷 $w/\%$	≤ 1.0	1.5	2.0	6.2

5 采样

5.1 组批

以每天或同反应条件的数釜产品混合均匀为一批。

5.2 采样

5.2.1 钢桶（内衬聚氟乙烯涂层）包装的产品按包装单元数的 2 % 确定采样单元数，但不得少于 2 桶。宜用 GB/T 6680 中规定的适宜的采样管，慢速插入钢桶液面深度的 2/3 处采取样品。生产企业出厂检验可在成品贮槽采样口采取有代表性样品进行检验。当对产品质量有异议时，应按 GB/T 6678 规定的采样单元数采样为准。样品量不少于 200 mL。

5.2.2 将采取的样品混匀，装入清洁、干燥、具塞、密封良好的样品瓶中，密封。样品瓶上应贴上标签，并注明生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、采样量及采样日期等。

6 试验方法

6.1 外观

自然光下目视观察。

6.2 硫代磷酰氯和三氯化磷的测定

6.2.1 方法原理

样品及其被测定组分被汽化后，随载气进入色谱柱，利用被测定组分的吸附、脱附等物化性质的差异，在柱内形成组分迁移速度的差别而进行分离。分离后的各组分先后流出色谱柱，进入检测器，由数据处理系统记录色谱图及相应数据，采用面积归一化法定量。

6.2.2 试剂

载气：氮气，纯度 99.999 %。

6.2.3 仪器和设备

6.2.3.1 气相色谱仪：配有热导检测器，具有程序升温功能。

6.2.3.2 色谱柱：100 % 二甲基聚硅氧烷，30 m × 0.53 mm × 5 μm（柱长 × 柱内径 × 液膜厚度）或同等分离效果的色谱柱（即任意相邻峰分离度均不小于 1.5 的色谱柱）。

6.2.3.3 数据处理系统：色谱工作站。

6.2.3.4 进样器：微量注射器。

6.2.4 试验条件

6.2.4.1 氮气流量：18 mL/min。

6.2.4.2 汽化室温度：200 °C。

6.2.4.3 检测器温度：250 °C。

6.2.4.4 分流比：10 : 1。

6.2.4.5 柱温：初始温度 50 ℃，保持 3 min；一阶段升温速率 10 ℃/min，升温至 175 ℃；二阶段升温速率 25 ℃/min，升温至 230 ℃，保持 3 min。

6.2.4.6 进样量：1 μL。

6.2.5 试验步骤

开启气相色谱仪，待仪器稳定后进行测定。用色谱工作站记录各组分的峰面积计算结果。典型色谱图和各组分的保留时间参见附录 A。

6.2.6 试验数据处理

硫代磷酰氯和三氯化磷的测定采用气相色谱法。

计算方法如下：

硫代磷酰氯或三氯化磷的质量分数以 w_1 计，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A ——硫代磷酰氯或三氯化磷的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积的总和。

6.2.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

硫代磷酰氯质量分数平行测定结果之差的绝对值不超过 0.2 %。三氯化磷质量分数平行测定结果之差的绝对值不超过 0.1 %。

7 检验规则

7.1 检验项目

本标准规定的全部检验项目为出厂检验项目，应逐批进行检验。

7.2 判定规则

7.2.1 产品质量指标采用 GB/T 8170 中规定的“修约值比较法”进行判定。

7.2.2 产品应由生产企业的质量检验部门按本标准规定进行检验，依据检验结果与标准要求对产品做出质量判定，并提供质量证明。

7.2.3 产品出厂时，每批产品应附有质量证明，内容包括生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、批量、产品质量符合本标准证明、执行标准编号，并加盖企业质检章。

7.3 复验规则

检验结果如有一项指标不符合本标准要求，应重新自该批产品中以双倍采样单元数采样进行复验。复验结果即使有一项指标不符合本标准要求，则该批产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

出厂产品的外包装上应有牢固明显的标志，内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190 规定的“腐蚀性物质”和“毒性物质”标志以及 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

8.2 包装

产品用钢桶（内衬聚氟乙烯涂层）包装，应充氮密封良好，每桶净含量 300 kg。亦可根据供需双方商定，采用适宜的其他包装方式和包装量。净含量的计量要求应按 JJF 1070 的规定执行。

产品在贮运中应防止包装破损，产品不被污染，不泄漏。

8.3 运输

产品运输时，应轻装、轻卸，应有防雨、防晒措施，不得与氧化剂、碱类、醇类、食用化学品等混装混运。产品为剧毒品，应按剧毒品运输。

8.4 贮存

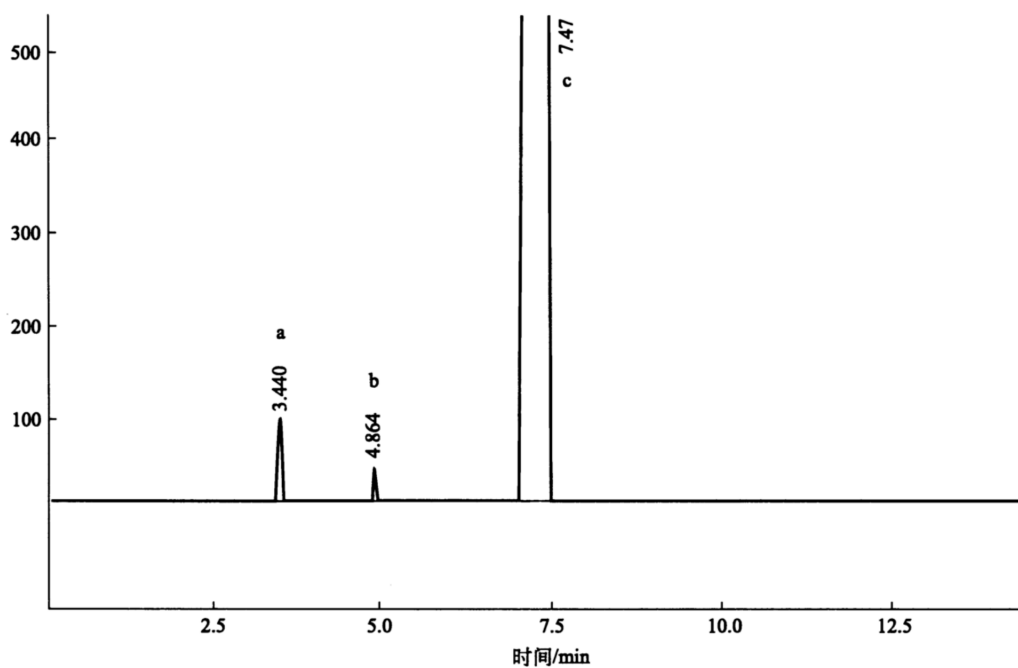
产品应贮存在阴凉、干燥、通风良好的专用仓库内，不应堆放，远离火种、热源，不得与氧化剂、醇类、碱类等混储。应配备泄漏应急处理设备。

9 安全

产品为剧毒品，具有强腐蚀性，遇水分解成氯化氢、硫化氢和磷酸，与碱作用剧烈分解，放出大量硫化氢气体，与醇类作用剧烈。易挥发，在空气中发烟，有刺激性臭味和强烈的催泪作用，对眼睛、皮肤、黏膜和呼吸道有强烈的刺激作用。接触产品时，应佩戴化学安全护目镜、橡胶耐酸碱手套等防护用具。严禁与氧化剂、碱类、醇类接触，避免吸入、接触皮肤和眼睛，如已接触皮肤和眼睛，立即用大量流动的水冲洗，就医。泄漏应用砂土或其他不燃性材料吸附或吸收，灭火应用二氧化碳、砂土，严禁用水。

附录 A
(资料性附录)
典型色谱图和各组分的保留时间

典型色谱图和各组分的保留时间见图 A.1。



说明:

- a——三氯化磷;
- b——三氯氧磷;
- c——硫代磷酸氯。

图 A.1 典型色谱图和各组分的保留时间

中华人民共和国
化工行业标准
工业用硫代磷酰氯（三氯硫磷）

HG/T 5330—2018

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）

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数15.1千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2506

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。

定价：14.00元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

