

ICS 71.060.50  
G 13  
备案号: 56407—2016

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5042—2016

---

### 工业用五氯化磷 铁含量的测定 分光光度法

Phosphorus pentachloride for industrial use—  
Determination of iron content—Spectrophotometric method

2016-10-22 发布

2017-04-01 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：锦西化工研究院有限公司、铜山县宏达精细化工厂、徐州江海源精细化工有限公司。

本标准主要起草人：李富荣、陈沛云、马西刚、李久民、党燕燕。

# 工业用五氯化磷 铁含量的测定 分光光度法

**警告——**工业用五氯化磷为淡黄色晶体或粉末，具有强烈的刺激性气味。易潮解发烟，约 160℃ 升华，遇水强烈分解，生成磷酸及氯化氢，对眼睛和呼吸道有刺激。

## 1 范围

本标准规定了工业用五氯化磷中铁含量测定的方法。

本标准适用于工业用五氯化磷中铁含量大于或等于 0.000 1 % 的产品。

## 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/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 方法原理

用抗坏血酸将试样溶液中的  $\text{Fe}^{3+}$  还原成  $\text{Fe}^{2+}$ ，在 pH 为 4.5 的缓冲溶液体系中  $\text{Fe}^{2+}$  与 1,10-菲罗啉反应生成橙红色络合物，用分光光度计在波长 510 nm 处测定吸光度。

## 4 试剂和溶液

**4.1 一般规定：**本方法所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所需标准溶液、制剂及制品，在没有其他规定时，均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

**4.2 氨水（优级纯）。**

**4.3 盐酸（优级纯）溶液：**1+1。

**4.4 抗坏血酸溶液：**100 g/L。

称取 10.0 g 抗坏血酸，溶于水中，稀释至 100 mL。该溶液保质期 1 周。

**4.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：**pH≈4.5。

**4.6 铁标准溶液：**0.1 mg/mL。

**4.7 铁标准溶液：**0.01 mg/mL。

移取适量铁标准溶液（见 4.6），用水稀释 10 倍。该溶液使用前配制。

**4.8 1,10-菲罗啉指示液：**2.5 g/L。

## HG/T 5042—2016

## 5 仪器和设备

一般的实验室仪器和分光光度计。

## 6 分析步骤

## 6.1 安全提示

本标准中使用的样品和部分试剂具有毒性或腐蚀性，样品水解操作具有较大危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题，使用者操作时应小心谨慎并有责任采用适当的安全和健康措施。

## 6.2 标准曲线的绘制

## 6.2.1 标准比色液的配制

依次移取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 铁标准溶液（见 4.7），分别置于 7 个 100 mL 容量瓶中，加水约至 50 mL。用盐酸溶液调节 pH 为 2（用精密 pH 试纸检查），然后加入 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 5 mL 1,10-菲啰啉指示液，稀释至刻度，混匀。在室温下，放置 15 min。

## 6.2.2 吸光度的测定

用适宜的比色皿，于波长 510 nm 处，用空白调整分光光度计零点，测定吸光度。

## 6.2.3 绘制标准曲线

以 100 mL 标准比色溶液中铁的质量为横坐标、对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线或回归一元线性方程。

## 6.3 试样溶液的制备

称取约 3 g 试样（或根据产品铁含量适当增大或减少取样量），精确至 0.01 g。缓慢溶解于盛有 200 mL 水的 500 mL 烧杯中，置于 15 °C 左右的冷水中冷却，间断轻轻摇动烧杯，水解 30 min。水解后，用氨水调节 pH 为 4 左右（用精密 pH 试纸检验），加热煮沸 2 min。冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

## 6.4 空白试验

空白试验与试料测定同时进行，采用与测定试料完全相同的分析步骤、试剂和用量，只是用水代替试料。

## 6.5 测定

用单刻度移液管移取 25 mL 试样溶液（见 6.3）于 100 mL 容量瓶中，加水至约 50 mL，用盐酸溶液调节溶液 pH 为 2~3（用精密 pH 试纸检验）。加入 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 5 mL 1,10-菲啰啉指示液，稀释至刻度，混匀。在室温下，放置 15 min。以下按 6.2.2 的规定进行测定。

## 7 结果计算

铁含量以铁（以 Fe）的质量分数  $w$  计，数值以 % 表示，按公式（1）计算：

$$w = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times (25/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_0$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——由标准曲线上查得的或由回归线性方程计算的试料中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）。

## 8 允许差

平行测定结果之差的绝对值不超过 0.000 1 %。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

## 9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 识别测试样品所需的全部信息；
  - b) 使用的标准；
  - c) 试验结果，包括各单次试验结果和它们的算术平均值；
  - d) 与规定的分析步骤的差异；
  - e) 试验中观察到的异常现象说明；
  - f) 试验日期。
-