

ICS 71.060.50
G 13
备案号: 56408—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5043—2016

工业用五氯化磷 重金属含量的测定 目视比色法

Phosphorus pentachloride for industrial use—
Determination of heavy metal content—Visual colorimetry

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：陈沛云、李富荣、李久民、马西刚、李立杰。

工业用五氯化磷 重金属含量的测定 目视比色法

警告——工业用五氯化磷为淡黄色晶体或粉末，具有强烈刺激性气味。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重金属含量测定的方法。

本标准适用于工业用五氯化磷中重金属含量大于或等于 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 原理

在弱酸性（pH 3~4）条件下，试料中的重金属离子与 -2 价硫离子生成棕黑色硫化物沉淀，重金属含量较低时形成稳定的暗色悬浮溶液，用目视比色法测定。

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 乙酸盐缓冲溶液：pH≈3.5。

称取 25.0 g 乙酸铵，加入 25 mL 水溶解，加入 45 mL 1+1 盐酸溶液，再用盐酸溶液或氨水调节 pH 值至 3.5，用水稀释至 100 mL。

4.5 饱和硫化氢溶液。

临用时制备。

4.6 硫化钠-丙三醇溶液。

称取 5 g 硫化钠，溶于 10 mL 水和 30 mL 丙三醇的混合液中，避光密封保存，有效期 1 个月。

HG/T 5043—2016

4.7 铅标准溶液：0.1 mg/mL。

4.8 铅标准溶液：0.01 mg/mL。

移取适量铅标准溶液（见 4.7），用水稀释 10 倍。该溶液使用前配制。

5 仪器和设备

一般的实验室仪器和比色管。

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 试样溶液的制备

迅速称取约 5 g 试样，置于已知质量的干燥称量瓶中，立即盖严称量（精确到 0.01 g）。将称取的试样缓慢移入盛有约 200 mL 水的 500 mL 烧杯中，置于 15 °C 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 值为 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，备用。

6.3 测定

6.3.1 饱和硫化氢水溶液比色法

用单刻度移液管移取 10 mL 试样溶液，置于 50 mL 比色管中，加入 5.0 mL 乙酸盐缓冲溶液和 10 mL 饱和硫化氢溶液，稀释至刻度，混匀。在室温下，放置 5 min。

标准比色液配制：按照产品标准移取规定量的铅标准溶液（见 4.8），与同体积试样溶液同时同样处理。

将试样溶液和标准比色液的比色管置于白色背景下，从上方及侧方观察，试样溶液的颜色不得深于标准比色液。必要时，用分光光度计在 420 nm 处测定吸光度比较。

6.3.2 硫化钠-丙三醇溶液比色法

用单刻度移液管移取 10 mL 试样溶液，置于 50 mL 比色管中，加入 5.0 mL 乙酸盐缓冲溶液和 0.1 mL 硫化钠-丙三醇溶液，稀释至刻度，混匀。在室温下，放置 5 min。

标准比色液配制：按照产品标准指标要求移取规定量的铅标准溶液（见 4.8），与试样溶液同时同样处理。

将试样溶液和标准比色液的比色管置于白色背景下，从上方及侧方观察，试样溶液的颜色不得深于标准比色液。必要时，用分光光度计在 420 nm 处测定吸光度比较。

7 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；
 - d) 与分析步骤的差异；
 - e) 试验中观察到的异常现象说明；
 - f) 试验日期。
-