

ICS 71.060.50
G 13
备案号: 56409—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5044—2016

工业用五氯化磷 砷含量的测定 砷斑法

Phosphorus pentachloride for industrial use—
Determination of arsenic content—Arsenic spot 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、徐州江海源精细化工有限公司、铜山县宏达精细化工厂。

本标准主要起草人：李富荣、陈沛云、李久民、马西刚、党燕燕。

工业用五氯化磷 砷含量的测定 砷斑法

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砷含量测定的方法。

本标准适用于工业用五氯化磷中砷含量大于或等于 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

在酸性介质中，用碘化钾和氯化亚锡将试料中的高价砷还原为 3 价砷，加锌粒与酸作用产生的新生态氢使 3 价砷进一步还原为砷化氢气体，通过乙酸铅棉花除去硫化氢干扰，再与溴化汞试纸生成橙黄色色斑，与标准砷斑比较做限量试验。

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 盐酸（优级纯）。

4.3 氨水（优级纯）。

4.4 碘化钾溶液：150 g/L。

4.5 氯化亚锡溶液：400 g/L。

4.6 砷标准溶液：0.1 mg/mL。

4.7 砷标准溶液：0.001 mg/mL。

移取适量砷标准溶液（见 4.6），用水稀释 100 倍。该溶液使用前配制。

4.8 乙酸铅棉花。

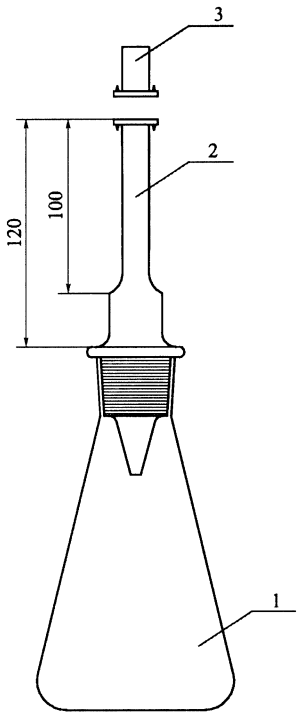
HG/T 5044—2016

- 4.9 溴化汞试纸。
- 4.10 锌粒（无砷）。

5 仪器和设备

一般的实验室仪器和定砷仪（见图 1）。

单位为毫米



- 说明：
- 1 100 mL 锥形瓶；
 - 2 吸收管；
 - 3 吸收管帽。

图 1 定砷仪示意图

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 ℃ 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

按产品标准的规定移取一定量的试样溶液，置于定砷仪的锥形瓶中，加入 5 mL 盐酸、5 mL 碘

化钾溶液和 1 mL 氯化亚锡溶液，加水约至 40 mL，混匀，在室温条件下放置 10 min。加入 2 g 锌粒，立即用已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管盖好，于暗处放置 1 h。

标准色斑：按照产品标准移取定量砷标准溶液（见 4.7），与试样溶液同时同样处理。

试样溴化汞试纸所呈颜色不得深于标准色斑。

每次测定应同时制备标准色斑。

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。
-