

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:27256—2010

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4108—2009

## 工业用五氯化磷

Phosphorus pentachloride for industrial use

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准根据部分企业标准和产品质量统计及用户要求制定而成。

本标准的附录 A 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氯碱分会(SAC/TC63/SC6)归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院、徐州江海源精细化工有限公司、山东单县全盛化工有限公司、铜山县宏达精细化工厂。

本标准主要起草人:胡立明、王广勋、陈沛云、党燕燕、田友利、马学仕、李富荣。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

工业用五氯化磷

警告:工业用五氯化磷为白色或浅黄色晶体,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。

分子式:PCl<sub>5</sub>。  
相对分子质量:208.24(按 2007 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了工业用五氯化磷的要求、采样、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输、贮存和安全。  
本标准适用于以三氯化磷与氯气合成法制得的工业用五氯化磷。

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 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2008,mod ISO 780 : 1997)
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(GB/T 603—2002,neq ISO 6353/1 : 1982)
- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,mod ISO 3696 : 1987)
- GB/T 9741 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法
- HG/T 3606 工业用三氯氧磷

3 要求

- 3.1 外观:淡黄色晶体或粉末。
- 3.2 工业用五氯化磷应符合表 1 的要求。

表 1 工业用五氯化磷的要求 单位为%

指 标 名 称	指 标		
	优等品	一等品	合格品
五氯化磷含量 ≥	99.5	99.0	98.0
三氯化磷含量 ≤	0.05	0.2	0.5
灼烧残渣含量 ≤	0.005	0.08	0.10

4 采样

- 4.1 产品按批检验。生产厂以每天或每一生产周期生产的工业用五氯化磷产品(同一原料、同一工艺

生产)为一批。用户以每次收到的同一批次的工业用五氯化磷为一批。

**4.2** 工业用五氯化磷从活动盖塑料桶、衬塑铁桶、由塑料内包装和纤维板箱组成的组合包装或最大净含量为 120 kg 的活动盖塑料罐中采样时,按 GB/T 6678 中规定确定采样单元数,宜用 GB/T 6679 中适宜的采样探子自桶或罐的中心插入 3/4 深处采取有代表性的样品。

**4.3** 采样量不少于 100 g。将所采样品混匀后,装于清洁、干燥、具塞的广口瓶中,样品瓶上贴上标签,并注明生产厂名、产品名称、批号或生产日期、采样日期及采样人等。

## 5 试验方法

**警告:**分析时,应在通风橱内进行。

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水或相当纯度的水。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

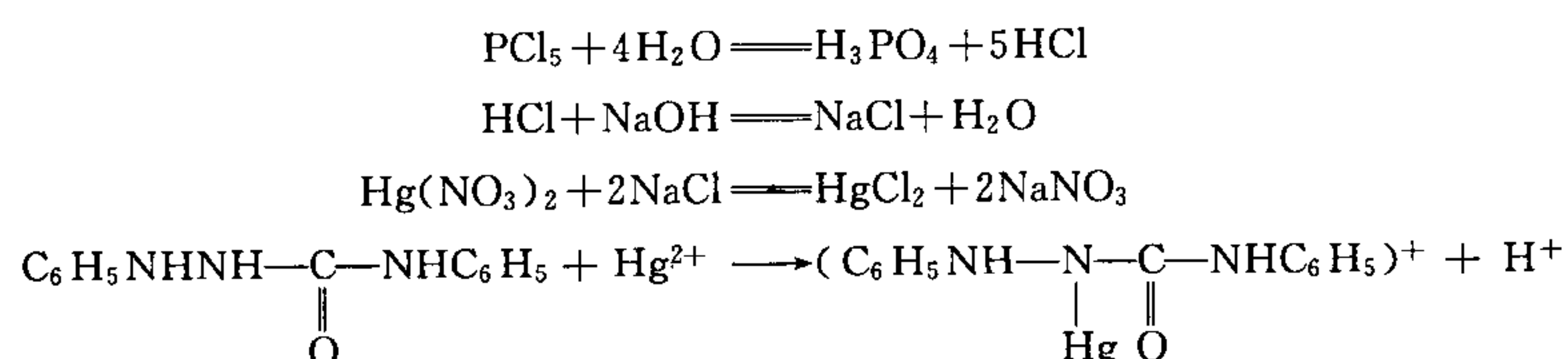
### 5.1 外观

在自然光下目视观察。

## 5.2 五氯化磷含量的测定

### 5.2.1 方法提要

五氯化磷与水反应生成正磷酸和盐酸,加入氢氧化钠使盐酸转化为氯化钠,在 pH 2~3 的溶液中,用强电离的硝酸汞标准滴定溶液将氯离子转化为弱电离的氯化汞,用二苯偶氮碳酰肼为指示液与稍过量的二价汞离子生成紫红色配合物来判断终点。反应式如下:



### 5.2.2 试剂和材料

**5.2.2.1 硝酸溶液:1+1。**

**5.2.2.2 硝酸溶液:1+8。**

**5.2.2.3 氢氧化钠溶液:**80 g/L。

**5.2.2.4 氯化钠标准溶液:**0.05 mol/L。

将氯化钠试剂在 500℃~600℃ 温度下灼烧至恒重,称取 2.9 g~3.0 g(精确到 0.000 1 g),置于烧杯中,用少量水溶解,将溶液全部移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**5.2.2.5 硝酸汞标准滴定溶液:**0.05 mol/L。

配制:称取 8.56 g 硝酸汞 $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 置于烧杯中,加 8 mL 硝酸溶液(5.2.2.1),加少量水,将溶液全部移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

标定:吸取 25.00 mL 氯化钠标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 40 mL 水、3 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液(5.2.2.2)至溶液由蓝色变为黄色,再过量 3 滴,加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成紫红色为终点。同时以水做空白试验。

硝酸汞标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = \frac{(m_1/1\,000) \times 25}{(M/1\,000) \times (V_1 - V_0)} = \frac{25 \times m_1}{M \times (V_1 - V_0)} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V_0$ ——空白试验硝酸汞标准滴定溶液的体积的准确数值,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——硝酸汞标准滴定溶液的体积的准确数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——硝酸汞标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);



$m_1$ ——氯化钠基准试剂的质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——氯化钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=58.442$ )。

5.2.2.6 溴酚蓝指示液:1 g/L。

5.2.2.7 二苯偶氮碳酰肼指示液:5 g/L。

### 5.2.3 仪器

一般的实验室仪器和以下仪器。

5.2.3.1 称量瓶;

5.2.3.2 密封良好的水解瓶。

### 5.2.4 分析步骤

#### 5.2.4.1 试样溶液的制备

迅速称取约 1 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 0.000 1 g),然后连同称量瓶放入盛有 300 mL 蒸馏水的水解瓶中,将水解瓶盖紧,水封,轻轻摇动。待称量瓶的盖打开,水流进称量瓶,将水解瓶放入 15 °C 左右冷水中冷却,并间断轻轻摇动水解瓶,水解 1 h,直至样品全部水解。水解完成后,将溶液全部移入 500 mL 容量瓶中,静置至室温,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 5.2.4.2 测定

量取 20.00 mL 试样溶液,置于 250 mL 锥形烧瓶中,加 40 mL 水,加 3 滴溴酚蓝指示液,缓缓滴加氢氧化钠溶液,使溶液由黄色变为蓝色。滴加硝酸溶液(5.2.2.2),使溶液由蓝色变为黄色,再过量 3 滴。加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色为终点。

### 5.2.5 结果计算

五氯化磷含量以五氯化磷( $\text{PCl}_5$ )质量分数  $w$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{(V_2/1\,000)cM/5}{m_2 \times 20/500} \times 100 - w_1 \times 1.516 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$c$ ——硝酸汞标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_2$ ——消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$m_2$ ——试样的质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——五氯化磷的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

$w_1$ ——三氯化磷的含量,%;

1.516——三氯化磷换算成五氯化磷的系数。

### 5.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。平行测定结果之差的绝对值不大于 0.2 %。

### 5.3 三氯化磷含量的测定

移取试样溶液(5.2.4.1),按 HG/T 3606 规定进行。

### 5.4 灼烧残渣的测定

称取约 2 g 试样(精确到 0.01 g),置于在(650±50) °C 下恒重并已称量(精确到 0.000 1 g)的黄金坩埚或石英坩埚中,以下操作按 GB/T 9741 中规定进行。

## 6 检验规则

6.1 本标准中工业用五氯化磷质量指标合格判断,采用 GB/T 1250 中“修约值比较法”。

6.2 本标准规定的检验项目全部为型式检验项目,其中五氯化磷含量、三氯化磷含量为型式检验项目中的出厂检验项目,其余为型式检验项目中的抽检项目。如有下述情况:停产后复产、生产工艺有较大改变(如材料、工艺条件等)、合同规定、特殊要求等,应进行型式检验。在正常生产情况下,每月至少进行一次型式检验。

6.3 工业用五氯化磷产品应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的要求进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

6.4 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求,应重新加倍在包装单元中采取有代表性的样品进行复检。复检结果中有一项指标不符合本标准要求,则该批产品为不合格品。

## 7 标志、标签、包装、运输、贮存

### 7.1 标志 标签

7.1.1 工业用五氯化磷产品包装上应有明显牢固的标志,内容包括:生产厂名、地址、产品名称、“危险化学品”字样、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB 190 中规定的“剧毒品”和“腐蚀品”标志和安全标签。

7.1.2 出厂的工业用五氯化磷产品应附有安全技术说明书和质量证明。质量证明内容包括:生产厂名、地址、产品名称、“危险化学品”字样、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。

### 7.2 包装

工业用五氯化磷产品应用清洁、干燥、密封良好的具有塑料袋内包装的耐腐蚀塑料桶或衬塑铁桶包装,包装应符合有关规定。

### 7.3 运输

运输过程应小心轻放,严防撞击和包装破损,有防雨、雪和防晒措施。

### 7.4 贮存

工业用五氯化磷产品应贮存在阴凉、干燥、通风良好的库房内,远离火种、热源,与碱类物品分开存放。

## 8 安全

工业用五氯化磷有毒,腐蚀性较强,遇水发生强烈反应,接触时应佩戴眼镜、口罩、橡皮手套等防护用具。严禁与水接触,避免吸入蒸气、接触皮肤和黏膜。如已接触皮肤,立即用水冲洗。

附 录 A  
(资料性附录)  
处理含汞废液的方法

A.1 方法提要

在碱性介质中,用过量的硫化钠沉淀汞,用过氧化氢氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。

A.2 操作步骤

将废液收集于约 50 L 的容器中,当废液量达 40 L 左右时,依次加入 400 mL 40 %工业用氢氧化钠溶液、100 g 硫化钠( $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ),搅匀。10 min 后慢慢加入 400 mL 40 %过氧化氢溶液,充分混合,放置 24 h 后,将上部清液排入废水中,沉淀物转入另一容器中,回收。

A.3 硫化汞的说明

硫化汞(又名辰砂)沉淀物的溶度积常数为  $3\times 10^{-52}$ ,可认为它不溶于水,对人体本身无害。

---

中华人民共和国

化工行业标准

工业用五氯化磷

HG/T 4108—2009

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$  字数7千字

2010年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0743

---

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。

---

版权所有 违者必究