

ICS 71.060.50

CCS G 12

C I E S C

团 体 标 准

T/CIESC XXX—XXXX

电子级五氯化磷

Electronic phosphorus pentachloride

(征求意见稿)

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

中国化工学会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：湖北航欧新材料科技有限公司、三峡公共检验检测中心（国家磷产品质量检验检测中心（湖北））、湖北省产品质量监督检验研究院、合肥市赛纬电子材料有限公司、江西吉翔医药化工有限公司、江西金光高科有限公司、松岩新能源材料（全南）有限公司、江西省奉新金欣化工有限公司。

本文件主要起草人：况庆雷、过海斌、杨凡、黄华、皮向东、胡武、程晓霞、马爱琴、陈晓飞、蔡禹元、魏源。

本文件首次发布。

电子级五氯化磷

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了电子级五氯化磷的技术要求、试验方法、检验规则、标志、随行文件、包装、运输、贮存以及安全。

本文件适用于以三氯化磷和氯气为主要原料合成的电子级五氯化磷。

分子式： PCl_5

相对分子质量：208.22（按2022年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9741-2008 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法

GB/T 11446.1 电子级水

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB/T 30902-2014 无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)

HG/T 4108-2022 工业用五氯化磷

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观：淡黄色晶体或粉末。

4.2 电子级五氯化磷的技术指标应符合表1的要求。

表 1 电子级五氯化磷的技术指标

项 目	指 标
五氯化磷，w/%	≥ 99.5
三氯化磷，w/%	≤ 0.05
灼烧残渣，w/%	≤ 0.05
铝（Al）/（mg/kg）	≤ 2
砷（As）/（mg/kg）	≤ 5
硼（B）/（mg/kg）	≤ 2
钡（Ba）/（mg/kg）	≤ 2
钙（Ca）/（mg/kg）	≤ 2
镉（Cd）/（mg/kg）	≤ 2
铬（Cr）/（mg/kg）	≤ 2
铜（Cu）/（mg/kg）	≤ 2
铁（Fe）/（mg/kg）	≤ 5
钾（k）/（mg/kg）	≤ 2
镁（Mg）/（mg/kg）	≤ 2
锰（Mn）/（mg/kg）	≤ 2
钠（Na）/（mg/kg）	≤ 2
镍（Ni）/（mg/kg）	≤ 2
铅（Pb）/（mg/kg）	≤ 2
锡（Sn）/（mg/kg）	≤ 5
锌（Zn）/（mg/kg）	≤ 2

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

本文件所用试剂在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，均按GB/T 601、GB/T 603的规定制备，除元素分析外所用水为GB/T 6682规定的三级水或相当纯度的水。

5.2 外观

按 HG/T 4108-2022 中7.2条的规定进行。

5.3 电子级五氯化磷含量的测定

按 HG/T 4108-2022 中7.3条的规定进行。

5.4 三氯化磷含量的测定

按 HG/T 4108-2022 中7.4条的规定进行。

5.5 灼烧残渣的测定

5.5.1 仪器和设备

5.5.1.1 箱式电阻炉。

5.5.1.2 调温电炉。

5.5.1.3 陶瓷坩埚或石英坩埚。

5.5.1.4 分析天平：感量为0.0001g。

5.5.2 测定

迅速称取约 2g 试样（精确到 0.0001g），置于在(650±50)°C下恒重并已称量（精确到 0.0001g）的陶瓷坩埚或石英坩埚中，以下操作按 GB/T 9741-2008 中 4.4 规定的不必或不能加硫酸的样品测定。

5.5.3 结果计算

灼烧残渣 ω_1 ，以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_3 ——残渣和空坩埚质量，单位为克（g）；

m_2 ——空坩埚质量，单位为克（g）；

m_1 ——试样的质量，单位为克（g）。

5.5.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.003%。

5.6 元素含量的测定

5.6.1 方法提要

在电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)上采取标准曲线法测定试样中各元素的含量。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 硝酸：优级纯或电子UP级。

5.6.2.2 硝酸溶液：5%。

取5mL硝酸（5.6.2.1）于盛有50mL电子级水的聚四氟乙烯容量瓶中，静置至室温，用电子级水稀释至100mL，摇匀。

5.6.2.3 硝酸溶液：10%。

取10mL硝酸（5.6.2.1）于盛有50mL电子级水的聚四氟乙烯容量瓶中，静置至室温，用电子级水稀释至100mL，摇匀。

5.6.2.4 混合标准储备液（含Al、As、B、Ba、Ca、Cd、Cr、Cu、Fe、K、Mg、Mn、Na、Ni、Pb、Sn、Zn）：各元素含量为100mg/L。

5.6.2.5 电子级水：符合GB/T 11446.1规定的I级电子级水(EW-1)，应满足在25℃在线电阻率不小于18.25MΩ·cm。

5.6.2.6 混合标准工作液：10mg/L。

取混合标准储备液（5.6.2.4）10mL于聚四氟乙烯容量瓶中，加入2mL硝酸（5.6.2.1），用电子级水稀释至100mL，摇匀。此液4℃冷藏，反复使用可保持7天。

5.6.2.7 高纯氩气，纯度不小于99.995%。

5.6.3 仪器设备

5.6.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)：符合GB/T 30902-2014中第6章规定的仪器，由进样系统、激发光源、光学系统、检测系统和数据处理系统组成。

5.6.3.2 聚四氟乙烯容量瓶：50mL、100mL。

5.6.3.3 聚四氟乙烯烧杯：50mL。

5.6.3.4 玻璃表面皿，直径为70mm。

5.6.3.5 刻度移液管：5mL，分刻度0.1mL。

5.6.3.6 分析天平：感量为0.0001g。

注：所用器皿如聚四氟乙烯容量瓶、烧杯均要用高纯硝酸溶液（5.6.2.3）浸泡24h，用电子级水反复冲洗后，方可使用。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 试样溶液的制备

用分析天平在已知质量的聚四氟乙烯烧杯中迅速称取约2g试样，精确到0.0001g，用已知质量的表面皿盖好，从分析天平中取出后，少量多次加入0℃电子级水，轻轻摇动，直至试样完全水解，将溶液全部移入100mL容量瓶中，静置至室温，用电子级水稀释至刻度，摇匀。

5.6.4.2 混合工作曲线的绘制

用刻度移液管吸取混合标准工作液（5.6.2.6）0.0mL、1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL分别置于50mL容量瓶中，用5%的硝酸溶液（5.6.2.2）定容至刻度，摇匀。此标准溶液系列对应的各元素浓度分别为0.0mg/L、0.2mg/L、0.4mg/L、0.6mg/L、0.8mg/L、1.0mg/L。

测定前根据待测元素性质和仪器性能，进行氩气流量、观测方式、射频发生器功率、冲洗时间和样品流量等测量条件优化，并按照附录A调整待测元素波长，用等离子体发射光谱仪在特征波长处测定校准空白和各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液的质量浓度（mg/L）为横坐标，相应的发射光谱强度为纵坐标，绘制工作曲线或得出回归方程。

标准曲线的线性相关系数不得低于0.99。若测定结果超出线性范围，应该将测试液重新配制，重测。

注：待测元素波长和仪器条件设置参见附录A。

5.6.4.3 测定

同样待测元素波长和仪器条件下，测定试样中各元素的发射光谱强度，在标准曲线上查出试样溶液中待测元素的质量浓度，再计算试样中待测元素的含量。

5.6.5 结果计算

待测元素含量 ω_2 ，以mg/kg表示，按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{C_P \times V \times 10^{-3}}{m_4} \times 10^3 = \frac{C_P \times V}{m_4} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C_P ——由工作曲线上查得的所取试样溶液中待测元素浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——制备试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m_4 ——试样质量，单位为（g）。

5.6.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后3位，两次平行测定结果与算术平均值的绝对差值均不大于算术平均值的30%。

6 检验规则

6.1 取样

6.1.1 组批

产品按批检验。

生产企业应以每天或每一生产周期的电子级五氯化磷产品（同一批原料、同一批工艺生产）为一批次；用户以每次收到的同一批次的电子级五氯化磷产品为一批次。

6.1.2 取样方法及要求

按GB/T 6678中的规定确定采样单元数，按GB/T 6679中规定的采样探子，自桶或包装袋的中心3/4深处取有代表性的试样。

将取得的试样混匀，分装于两个清洁、干燥、具塞的氟化瓶中，每份试样量不少于100g。一份供检验用，另一份保存备查。

6.2 检验项目

检验分为型式检验和出厂检验。

6.2.1 型式检验项目

型式检验项目为本文件规定的所有检验项目。

正常生产情况下，每月应至少进行一次型式检验。

如有下述情况，应进行型式检验：

- 停产后复产；
- 生产工艺有较大改变（如材料、工艺条件等）；
- 生产装置出现重大波动调整后。

6.2.2 出厂检验项目

出厂检验项目为五氯化磷含量、三氯化磷含量、元素含量。生产企业应保证每批出厂的产品都符合本文件的要求。

6.3 判定规则

检验结果的判定按GB/T 8170规定的修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本文件要求时，则应重新自两倍量的包装中采样或重新取两倍量进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

7 标志

电子级五氯化磷产品包装上应有明显、牢固的标志，内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、执行标准号、型号、批号或生产日期、净含量、GB 190中规定的“腐蚀性物质”、“毒性物质”等标志、GB/T 191中规定的“怕雨”标志。

8 随行文件

8.1 质量证明文件

每批出厂的电子级五氯化磷产品应由生产企业的质量监督检验部门按本文件的要求进行检验,并附有质量证明文件。

质量证明文件内容包括:生产企业名称、产品名称、“危险化学品”字样、质量指标、批号或生产日期、执行标准号等。

8.2 化学品安全标签

化学品安全标签的编写应符合GB 15258的规定。

8.3 化学品技术文件

每批出厂电子级五氯化磷产品均附有五氯化磷MSDS。

9 包装

电子级五氯化磷产品宜用聚乙烯/聚丙烯薄膜内袋、聚乙烯/聚丙烯耐腐蚀外袋包装袋或聚乙烯塑料桶包装,包装规格根据供需双方协商制定,应保证正常贮运中不污染、不泄漏。

10 运输

电子级五氯化磷运输应符合有关危险货物的运输规定。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,不得与易燃物、氧化剂、碱类、潮湿物品共运输。

11 贮存

电子级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。

12 安全

电子级五氯化磷腐蚀性较强,遇水发生强烈反应。操作时应佩戴眼镜、口罩、橡胶手套等防护用具。严禁与水接触。避免吸入蒸气、接触皮肤和黏膜,接触后立即用大量水冲洗。

电子级五氯化磷安全应急措施说明参见附录 B。

附录 A
(资料性)

待测元素波长和推荐的仪器操作条件

待测元素波长和推荐的仪器操作条件见表 A。

表 A 待测元素波长和推荐的仪器操作条件

待测元素	波长/nm	仪器操作条件
铝 (Al)	396.153	观测方向：轴向，发射功率 1.5kw，冲洗时间 10s，样品流量 1.50mL/s，氩气流量 12L/min，观测距离 15.0mm，光源稳定延迟时间 15s。
砷 (As)	193.696	
硼 (B)	249.677	
钡 (Ba)	455.403	
钙 (Ca)	317.933	
镉 (Cd)	228.802	
铬 (Cr)	205.560	
铜 (Cu)	327.393	
铁 (Fe)	239.562	
钾 (K)	766.490	
镁 (Mg)	285.213	
锰 (Mn)	249.677	
钠 (Na)	589.592	
镍 (Ni)	232.003	
铅 (Pb)	283.306	
锡 (Sn)	189.927	
锌 (Zn)	213.857	

附录 B
（资料性）
五氯化磷安全应急措施说明

B.1 危险性概述

危险性类别：第 8.1 类 酸性腐蚀品。

侵入途径：吸入、食入、经皮吸收。

健康危害：其蒸汽和烟尘可引起眼结膜刺激症状。刺激咽喉引起灼痛、失音或吞咽困难。可引起支气管炎，严重者发生肺炎、肺水肿，喉头水肿可致窒息。眼和皮肤接触可致灼伤。慢性影响：长期低浓度解除可引起眼及呼吸道刺激症状。

环境危害：对环境有危害，对水体可造成污染。

B.2 急救措施

皮肤接触：立即脱去污染的衣着，用大量流动清水冲洗至少 15 分钟，就医。

眼睛接触：立即提起眼睑，用大量流动清水或生理盐水彻底冲洗至少 15 分钟，就医。

吸入：迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道通畅。如呼吸困难，给输氧。如呼吸停止，立即进行人工呼吸，就医。

食入：用水漱口，无腐蚀症状者洗胃。忌服油类。就医。

B.3 消防措施

危险特性：遇水发热、冒烟甚至燃烧爆炸。与易燃物（如苯）和可燃物（如糖、纤维素等）接触会发生剧烈反应，甚至引起燃烧，具有较强的腐蚀性。

灭火方法：消防人员必须穿全身耐酸碱消防服。灭火剂：干粉、二氧化碳、干燥沙土。禁止用水。

B.4 泄露应急处理

应急处理：隔离泄露污染区，限制出入。应急处理人员戴防尘面具（全面罩），穿防酸碱工作服。不要直接接触泄漏物。小量泄漏：避免扬尘，用洁净的铲子收集于干燥、洁净、有盖的容器中。大量泄漏：用塑料布、帆布覆盖。在专家指导下清除。

B.5 操作处置与储存

操作注意事项：密闭操作，注意通风。操作尽可能机械化、自动化。避免产生烟雾或粉尘。避免与酸类、醇类、活性金属粉末、碱金属接触。尤其要注意避免与水接触。

储存注意事项：储存于阴凉、干燥、通风良好的库房。远离热源、火种。包装必须密封，切勿受潮。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到
中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194
网址：www.ciesc.cn