

团 体 标 准

T/CMBN XXXX—XXXX

工业用三溴化磷

Industrial phosphorus tribromide

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 技术要求 1

5 试验方法 1

6 检验规则 3

7 标志、包装、运输和贮存 3

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专利的责任。

本文件由××××提出。

本文件由全国商报联合会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

工业用三溴化磷

1 范围

本文件规定了工业用三溴化磷的术语定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本文件适用于工业用三溴化磷的生产和检验。

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 6680 液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 9725 化学试剂 电位滴定法通则

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

无色或淡黄色发烟液体，无可见机械杂质。

4.2 技术指标

三溴化磷的技术指标应符合表1的规定。

表 1 技术指标

项目名称	单位	指标
三溴化磷 (PBr ₃) 质量分数	%	≥99.0
氯离子 (Cl ⁻) 质量分数	mg/kg	≤100

注：如需控制游离溴等指标，可由供需双方协商确定。

5 试验方法

5.1 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。

5.2 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和应符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均应按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.3 外观

取适量试样于无色透明玻璃容器中，在自然光下目视观察。

5.4 三溴化磷含量测定

5.4.1 方法原理

试样与水反应生成亚磷酸和溴化氢，用硝酸银标准滴定溶液滴定溴离子，电位法确定终点。

5.4.2 试剂和材料

试剂和材料应按照以下各项进行：

- 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ ；
- 碳酸氢钠溶液：50 g/L；
- 酚酞指示液：10 g/L；
- 硝酸溶液：1+1。

5.4.3 仪器设备

仪器设备应按照以下各项进行：

- 电位滴定仪：配银电极（216型）和双盐桥饱和甘汞电极（217型）；
- 分液漏斗：100 mL；
- 三角烧瓶：250 mL。

5.4.4 分析步骤

应称取约 1.0 g 试样，精确至 0.0001 g，置于干燥的 250 mL 三角烧瓶中，用分液漏斗缓慢加入 50 mL 水，轻轻振摇使试样完全分解。用少量水冲洗分液漏斗下端，取下分液漏斗。加 3 滴~5 滴酚酞指示液，用碳酸氢钠溶液调至溶液恰好微红色。加 2 mL 硝酸溶液，摇匀。将溶液全部转移至烧杯中，加水至约 100 mL，置于电位滴定仪上，用硝酸银标准滴定溶液滴定，记录滴定体积和电位变化，应按 GB/T 9725 中二级微商法确定终点。同时做空白试验。

注：瓶口应连接分液漏斗，防止溴化氢挥发

5.4.5 结果计算

5.4.5.1 三溴化磷的质量分数 w_1 ，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c \times (v_1 - v_0) \times 0.2707}{m \times 3} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

- V_1 —— 试样消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 V_0 —— 空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 c —— 硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
 m —— 试样的质量，单位为克（g）。

5.4.5.2 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

5.5 氯离子的测定

5.5.1 方法原理

试样与水反应后，用硝酸银比浊法测定氯离子含量。

5.5.2 试剂和材料

- 硝酸银溶液：20 g/L；
- 硝酸溶液：1+1；
- 氯离子标准溶液：0.1 mg/mL。称取 0.1650 g 于 500 °C 灼烧至恒重的氯化钠，溶于水，移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

5.5.3 分析步骤

称取约 1.0 g 试样，精确至 0.0001 g，按 5.4.4 步骤分解并调至微红色，转移至 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。准确移取 10.0 mL 试液于 50 mL 比色管中，加 2 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液，稀释至刻度，摇匀，静置 5 min。所呈浊度不得大于标准比对溶液。

5.5.4 标准比对溶液制备

准确移取 1.0 mL 氯离子标准溶液（相当于 0.1 mg Cl^- ）于 50 mL 比色管中，与试样同法操作。

5.5.5 结果判定

试液浊度不大于标准比对溶液浊度时，判为合格。如有争议，以离子色谱法测定结果为准。

6 检验规则

6.1 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

出厂检验项目为外观、三溴化磷含量、氯离子含量。产品经检验合格并附质量证明书方可出厂。

6.3 型式检验

型式检验项目为本文件第4章规定的全部技术要求。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品或老产品转生产的试制定型鉴定；
- b) 正式生产后，如原料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时；
- c) 正常生产时，每年至少进行一次；
- d) 产品长期停产后，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f) 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

6.4 组批

以同一原料、同一工艺、连续生产或同一班组生产的产品为一批。

6.5 抽样

应按 GB/T 6680 的规定进行。从每批产品中随机抽取不少于 2 个包装单元，采样量不少于 500 mL，混匀后分装于两个清洁干燥的玻璃瓶中，密封，贴上标签，一瓶供检验，一瓶留样备查。

注：标签上应注明产品名称、批号、取样日期、取样人。

6.6 判定规则

检验结果的判定应按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。若检验结果中有一项指标不符合本文件要求，应重新从两倍量的包装单元中取样复检。复检结果即使只有一项指标不符合，则判该批产品不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

产品包装容器上应有清晰牢固的标志，内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名、厂址；
- c) 批号、生产日期；
- d) 净含量；
- e) 本文件编号；

f) 应符合 GB 190 规定的“腐蚀品”标志和 GB/T 191 规定的“怕雨”“向上”等图示标志。

7.2 包装

7.2.1 产品应采用符合危险货物包装要求的包装容器。可选用以下包装形式：

- a) 200 L 聚乙烯塑料桶，每桶净含量 300.0 kg；
- b) 磨砂口玻璃瓶或螺纹口玻璃瓶外普通木箱；
- c) 螺纹口玻璃瓶、铁盖压口玻璃瓶、塑料瓶或金属桶（罐）外普通木箱；
- d) 钢塑复合桶。

7.2.2 包装容器应密封，防止受潮。可根据客户要求采用其他形式的包装，但要符合包装质量要求。

7.3 运输

运输时应轻装轻卸，防止包装破损、倒置，防晒、防雨淋。严禁与氧化剂、酸类、碱类、食用化学品等混装混运。运输车辆应配备泄漏应急处理设备。公路运输应按规定路线行驶，勿在居民区和人口稠密区停留。铁路运输时，应严格按照铁道部《危险货物运输规则》中的危险货物配装表进行配装。

7.4 贮存

产品应贮存于阴凉、通风、干燥的库房内，库温不超过 25℃，相对湿度不超过 75%。包装必须密封，切勿受潮。应与氧化剂、酸类、碱类等分开存放，切忌混储。不宜久存，以免变质。储区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

7.5 保质期

在符合本文件规定的包装、运输和贮存条件下，自生产之日起产品保质期为 12 个月。超过保质期应按本文件重新检验，合格后方可使用。
