

中华人民共和国国家标准

化学试剂 氢溴酸

GB 621—93

代替 GB 621—77

Chemical reagent—Hydrobromic acid

本标准参照采用国际标准 ISO 6353-3—1987《化学分析试剂——第3部分：规格——第二批》中 R66“氢溴酸”。

本试剂为无色或淡黄色透明液体，放置易变色。密度(20℃)约为 1.38 g/mL。

分子式：HBr

相对分子质量：80.91(按 1989 年国际相对原子质量)

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化学试剂氢溴酸的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂氢溴酸的检验。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB 605 化学试剂 色度测定通用方法
- GB 610.1 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)
- GB 610.2 化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)
- GB 619 化学试剂 采样及验收规则
- GB 6682 实验室用水规格
- GB 9727 化学试剂 磷酸盐测定通用方法
- GB 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
- GB 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
- GB 9735 化学试剂 重金属测定通用方法
- GB 9739 化学试剂 铁测定通用方法
- GB 9741 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法
- HG 3-119 化学试剂 包装及标志

3 技术要求

- 3.1 氢溴酸(HBr)含量不少于 40.0%。
- 3.2 色度：合格。
- 3.3 杂质最高含量：

%		
名 称	分析纯	化学纯
灼烧残渣(以硫酸盐计)	0.005	0.01
氯化物(Cl)	0.02	0.05
碘化物(I)	0.005	0.01
硫酸盐及亚硫酸盐(以 SO ₄ 计)	0.002	0.005
磷酸盐(PO ₄)	0.000 5	0.001
砷(As)	0.000 04	0.000 1
铁(Fe)	0.000 1	0.000 2
重金属(以 Pb 计)	0.000 2	0.000 5

4 试验方法

本试验方法中标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备;实验用水应符合 GB 6682 中三级水规格。

4.1 氢溴酸(HBr)含量测定

在 100 mL 具塞轻体锥形瓶中,注入 20 mL 水,称量,加 3 mL 试样,立即盖好瓶塞,放置 30 min,再称量,两次称量均须精确至 0.000 1 g。加 2 滴甲基红指示液(1 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈黄色。

氢溴酸含量按下式计算:

$$X = \frac{V \cdot c \times 0.08091}{m} \times 100$$

式中: X ——氢溴酸的质量百分含量, %;

V ——样品消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

0.080 91——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的氢溴酸的质量;

m ——试样的质量, g。

4.2 色度测定

量取 50 mL 试样,注入 50 mL 比色管中,按 GB 605 之规定测定。试样色度不得深于 40 黑曾单位。样品与同体积水比较,应透明无机械杂质。

另取 10 mL 试样,加约 10 mg 无水亚硫酸钠,摇匀后,按 GB 605 之规定测定。试样溶液色度不得深于同体积色度标准:

分析纯.....20 黑曾单位;

化学纯.....30 黑曾单位。

4.3 杂质测定

试样的量取须精确至 0.1 mL。

4.3.1 灼烧残渣

量取 14 mL (20 g) 试样,置于已在 $650 \pm 50^\circ\text{C}$ 恒重的石英皿中后,按 GB 9741 中 4.2 条之规定测定。结果按 GB 9741 中第 5 章之规定计算。

4.3.2 氯化物

量取 0.7 mL (1 g) 试样,置于玻璃皿中,加 25 mL 硝酸溶液(25%),在水浴上加热至溶液无色,用少量水冲洗皿壁,再继续加热 15 min,冷却,稀释至 100 mL。取 5 mL,稀释至 20 mL 后,按 GB 9729 之规

定测定。溶液所呈浊度不得大于标准。

标准是取含下列数量氯化物的杂质标准溶液：

分析纯.....0.010 mg Cl₂；

化学纯.....0.025 mg Cl₂。

稀释至 20 mL，与同体积试样溶液同时同样处理。

4.3.3 碘化物

4.3.3.1 不含碘化物的氢溴酸溶液的制备

量取 7.2 mL (10 g) 试样，加 40 mL 水、0.4 mL 三氯化铁溶液 (100 g/L)，摇匀，加 10 mL 三氯甲烷，放置 5 min 后，振摇 1 min，静置分层，弃去有机相。重复上述操作，直至有机相不呈现紫色为止，分出水相，备用。

4.3.3.2 测定方法

量取 3.6 mL (5 g) 试样，加 20 mL 水、0.2 mL 三氯化铁溶液 (100 g/L)，摇匀，加 5 mL 三氯甲烷，放置 5 min 后，振摇 1 min，静置分层。有机层所呈紫色不得深于标准。

标准是取 24 mL 不含碘化物的氢溴酸溶液及含下列数量碘化物的杂质标准溶液：

分析纯.....0.25 mg I₂；

化学纯.....0.50 mg I₂。

加 5 mL 三氯甲烷，与同体积试样溶液同时同样处理。

4.3.4 硫酸盐及亚硫酸盐

4.3.4.1 试验溶液的制备

量取 36 mL (50 g) 试样，滴加饱和溴水 (约 0.2 mL)，使溶液呈稳定的黄色。加 1 mL 碳酸钠溶液 (10 g/L)，在水浴上蒸发至干。加 1 mL 水、0.1 mL 盐酸溶液 (20%)，微热溶解残渣，稀释至 50 mL。

4.3.4.2 测定方法

取 2 mL 试验溶液，稀释至 20 mL，加 0.5 mL 盐酸溶液 (20%) 酸化后，按 GB 9728 之规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准。

标准是取含下列数量硫酸盐的杂质标准溶液：

分析纯.....0.04 mg SO₄²⁻；

化学纯.....0.10 mg SO₄²⁻。

稀释至 20 mL，与同体积试样溶液同时同样处理。

4.3.5 磷酸盐

取 2 mL 试验溶液 (4.3.4.1)，加 5 mL 水，加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液，用硝酸溶液 (13%) 滴定至溶液黄色刚刚消失，稀释至 10 mL 后，按 GB 9727 之规定测定。有机层所呈蓝色不得深于标准。

标准是取含下列数量磷酸盐的杂质标准溶液：

分析纯.....0.01 mg PO₄³⁻；

化学纯.....0.02 mg PO₄³⁻。

与试验溶液同时同样处理。

4.3.6 砷

4.3.6.1 二乙基二硫代氨基甲酸银法 (仲裁方法)

量取 1.8 mL (2.5 g) 试样，稀释至 40 mL 后，按 GB 610.2 之规定测定。吸收液所呈紫红色不得深于标准。

标准是取含下列数量砷的杂质标准溶液：

分析纯.....0.001 0 mg As₂S₃；

化学纯.....0.002 5 mg As₂S₃。

稀释至 40 mL，与同体积试样溶液同时同样处理。

4.3.6.2 砷斑法

量取 3.6 mL (5 g) 试样, 加 10 mL 水及 1 滴酚酞指示液 (10 g/L), 用氨水溶液 (10%) 中和, 将此溶液注入磨口锥形瓶中, 稀释至 70 mL 后, 按 GB 610.1 之规定测定。溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准。

标准是取含下列数量砷的杂质标准溶液:

分析纯.....0.001 0 mg As;

化学纯.....0.002 5 mg As。

稀释至 70 mL, 与同体积试样溶液同时同样处理。

4.3.7 铁

取 10 mL 试验溶液 (4.3.4.1), 稀释至 15 mL, 用盐酸溶液 (15%) 将溶液 pH 值调至 2 后, 按 GB 9739 之规定测定。溶液所呈红色不得深于标准。

标准是取含下列数量铁的杂质标准溶液:

分析纯.....0.01 mg Fe;

化学纯.....0.02 mg Fe。

稀释至 15 mL, 与同体积试样溶液同时同样处理。

4.3.8 重金属

取 10 mL 试验溶液 (4.3.4.1), 稀释至 20 mL, 用氨水溶液 (10%) 将溶液 pH 值调至 4 后, 按 GB 9735 之规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准。

标准是取含下列数量铅的杂质标准液:

分析纯.....0.02 mg Pb;

化学纯.....0.05 mg Pb。

稀释至 20 mL, 与 pH 值调至 4 后试样溶液同时同样处理:

5 检验规则

按 GB 619 之规定进行采样及验收。

6 包装及标志

6.1 包装

按 HG 3-119 之规定, 其中:

内包装形式: Gz-1 石膏包口;

外包装形式: W-1;

包装单位: 第 4 类。

6.2 标志

按 HG 3-119 之规定, 并注明“腐蚀性物品”及“毒害品”。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由北京化工厂负责起草。

本标准主要起草人郝玉林。

本标准于 1965 年首次发布。