

ICS 71.060.50
G 12
备案号:34574—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2766—2011

代替 HG/T 2766—1996

工业溴酸钠

Sodium bromate for industrial use

2011-12-20 发布

2012-07-01 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。

本标准代替 HG/T 2766—1996《工业溴酸钠》，与 HG/T 2766—1996 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了一等品的吸光度指标(见 4.2)；
- 修改了溴酸钠、水分、吸光度、氯化物及氯酸盐、铁、重金属、pH 指标(见 4.2, 1996 年版的 3.2)；
- 修改了 pH 测定中的称样量(见 5.13, 1996 年版的 5.13)。
- 修改了检验规则(见 6.1, 1996 年版的 5.1)。
- 修改了安全内容(见 9, 1996 年版的 7)。

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无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、江苏沃德化工有限公司、潍坊强源化工有限公司、深圳市格林美高新技术股份有限公司。

本标准主要起草人：夏俊玲、丁灵、杨文华、袁景海、谭翠丽。

工业溴酸钠

1 范围

本标准规定了工业溴酸钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、贮存、运输和安全。

本标准适用于主要作为制备其他无机化学产品、酚类测定用化学试剂、冷烫发药剂和印染助剂的材料；用于贵金属的提取和纯化的工业溴酸钠。

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，仅所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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 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方法和判定

GB 12268—2005 危险货物物品名表

GB/T 23947.2—2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第2部分：砷斑法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式： NaBrO_3

相对分子质量：150.89（按2007年国际相对原子质量）

4 要求

4.1 外观：工业溴酸钠为白色结晶颗粒或结晶性粉末。

4.2 工业溴酸钠按本标准的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
溴酸钠(NaBrO_3) $w/\%$	≥ 99.7	99.5
溴化物(以 Br 计) $w/\%$	≤ 0.04	0.06
硫酸盐(以 SO_4 计) $w/\%$	≤ 0.01	0.03
水分 $w/\%$	≤ 0.1	0.1
吸光度(200 g/L 溶液)	≤ 0.05	0.12
氯化物及氯酸盐(以 Cl 计) $w/\%$	≤ 0.05	0.1
铁(Fe) $w/\%$	$\leq 0.000\ 3$	0.000 5
重金属(以 Pb 计) $w/\%$	$\leq 0.000\ 3$	0.000 5
砷(As) $w/\%$	$\leq 0.000\ 2$	0.000 5
pH(50 g/L 溶液)	6.0~7.5	

5 试验方法

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。挥发性有机溶剂大部分有害人体健康且易燃,操作时应在通风橱中进行,并防止与明火接触。

5.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.4 溴酸钠含量的测定

5.4.1 方法提要

溴酸钠与碘化钾在酸性溶液中反应析出碘后,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,根据硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗量确定溴酸钠含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 碘化钾。

5.4.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)\approx 0.1\text{ mol/L}$ 。

5.4.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

5.4.3 分析步骤

称取约 0.8 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加水溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取 25.00 mL 上述溶液,置于 500 mL 碘量瓶中,加 2 g 碘化钾,5 mL 盐酸溶液,摇匀。加水封口,并于暗处放置 5 min 后,加 10 ℃ 以下的水 150 mL,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色时,加入 3 mL 淀粉指示液,继续滴定溶液至无色,且保持 30 s 即为终点。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其它加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

5.4.4 结果计算

溴酸钠的含量以溴酸钠(NaBrO_3)质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的准确浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——溴酸钠($1/6\text{NaBrO}_3$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M = 25.15$)。

取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0.3%。

5.5 溴化物含量的测定

5.5.1 方法提要

于样品溶液中,加入硫酸溶液,使过量的溴酸盐与溴化物二者反应释出游离溴。根据溴的颜色与标准溶液中析出溴的颜色进行比较,确定试验溶液中溴化物的含量。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 硫酸溶液:1+8。

5.5.2.2 溴标准溶液:1 mL 溶液含溴(Br)1 mg。

5.5.3 分析步骤

称取 $3.0 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 100 mL 比色管中,加入 85 mL 热水,冷却,加 0.5 mL 硫酸溶液,摇匀,放置 30 min,所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备:取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 100 mL 比色管中,取 0.8 mL(优等品)、1.2 mL(一等品)溴标准溶液,从“加入 85 mL 热水”开始与试样同时同样处理。

5.6 硫酸盐含量的测定

5.6.1 方法提要

在酸性介质中,硫酸根离子与钡离子形成沉淀使溶液浑浊,根据溶液的浊度与标准溶液比较,确定溶液中硫酸盐的含量。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 95%乙醇。

5.6.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.3 盐酸溶液:1+3。

5.6.2.4 氯化钡溶液:250 g/L。

5.6.2.5 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)0.01 mg;

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.6.3 分析步骤

称取 $2.0 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,缓缓加入 20 mL 盐酸溶液(5.6.2.2),于通风橱中在水浴上蒸干。再加 10 mL 盐酸溶液(5.6.2.2),蒸干,残渣溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去 20 mL 前滤液,移取 10.00 mL 滤液,置于 25 mL 比色管中,加入 5 mL 乙醇,1 mL 盐酸溶液(5.6.2.3),在不断振摇下滴加 3 mL 氯化钡溶液,稀释至刻度,摇匀。放置 10 min。于黑背景下与标准比浊溶液比对,所产生的浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的配制:移取 2.00 mL(优等品)、6.00 mL(一等品)硫酸盐标准溶液,置于 25 mL 比

色管中,稀释至 10 mL,从“加入 5 mL 乙醇”开始,与试验溶液同时同样处理。

5.7 水分的测定

5.7.1 方法提要

将试样在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定,根据试样干燥前后的减量确定水分。

5.7.2 仪器

5.7.2.1 称量瓶: $\phi 50\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 。

5.7.2.2 电热恒温干燥箱:控制温度 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.7.3 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶中,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

5.7.4 结果计算

水分以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——称量瓶和试料干燥前质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——称量瓶和试料干燥后质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取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 0.02 %。

5.8 吸光度的测定

5.8.1 方法提要

待测溶液中细微悬浮物的浓度能影响到溶液的吸光度,为此在 380 nm 处测量其吸光度。

5.8.2 仪器

分光光度计:带有厚度为 4 cm 的比色皿,波长可调节至 380 nm。

5.8.3 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。使用分光光度计,在 380 nm 处,用 4 cm 比色皿,以水为参比,测量其吸光度。

取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 0.003。

5.9 氯化物及氯酸盐含量的测定

5.9.1 方法提要

在酸性溶液中,用亚硫酸将氯酸盐还原为氯化物;用硝酸银使氯化物沉淀,根据溶液的浊度确定试样中氯化物及氯酸盐含量。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 亚硫酸。

5.9.2.2 硝酸溶液:1+2。

5.9.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

5.9.2.4 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.01 mg;

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.9.3 分析步骤

称取 $1.0\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 200 mL 烧杯中,加 15 mL 水溶解,滴加亚硫酸(约 20 mL)至溶液无色。缓缓煮沸 2 min,使过量的二氧化硫逸出。冷却,加 50 mL 硝酸溶液,加热至溶液无色,用少量水洗涤瓶壁,继续加热 15 min。冷却,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

移取 5.00 mL 上述溶液置于 25 mL 比色管中,稀释至 20 mL,加 2 mL 硝酸溶液及 1 mL 硝酸银溶液,稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。于黑背景下与标准比浊溶液比对,所产生的浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的配制:移取 1.00 mL(优等品)、2.00 mL(一等品)氯化物标准溶液,置于 25 mL 比色管中,从“稀释至 20 mL,加 2 mL 硝酸溶液”开始,与试样同时同样处理。

5.10 铁含量的测定

5.10.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

5.10.2 试剂

5.10.2.1 硫酸。

5.10.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.10.2.3 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

5.10.3 仪器

分光光度计:配有 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6 章中 6.3 的规定,使用 4 cm 或 5 cm 比色皿及对应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

5.10.4.2 试验溶液 A 的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g。置于蒸发皿中,加入 70 mL 盐酸溶液,2 滴硫酸,在水浴上蒸干,再加 20 mL 盐酸溶液,再蒸干,残渣溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此为试验溶液 A,用于铁和重金属含量的测定。

5.10.4.3 空白试验溶液的制备

空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂的种类和量与试验溶液相同。

5.10.4.4 测定

移取 40.00 mL 试验溶液 A 和空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,以下按 GB/T 3049—2006 第 6 章中 6.4 从“必要时,加水至 60 mL……”开始,进行操作。

5.10.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m \times 40/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取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 0.000 2 %。

5.11 重金属含量的测定

5.11.1 方法提要

在弱酸性溶液中,重金属离子与二价硫离子生成有色硫化物沉淀,重金属含量较低时,生成稳定的暗色悬浮物,可用于重金属的目视比色法测定。

5.11.2 试剂

5.11.2.1 乙酸溶液:1+17。

5.11.2.2 氨水溶液:2+3。

5.11.2.3 饱和硫化氢水溶液:此溶液现用现配。

5.11.2.4 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.001 mg;

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.11.3 分析步骤

移取 20.00 mL 试验溶液 A(5.10.4.2),置于 50 mL 比色管中,用氨水溶液中和,加入 1 mL 乙酸溶液和 10 mL 新配制的饱和硫化氢水溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min,所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的配制:移取 10.00 mL 试验溶液 A 及 3.00 mL(优等品)、5.00 mL(一等品)铅标准溶液,分别置于 50 mL 比色管中,从“用氨水溶液中和”开始,与试验溶液同时同样处理。

5.12 砷含量的测定

5.12.1 方法提要

同 GB/T 23947.2—2009 第 3 章。

5.12.2 试剂

同 GB/T 23947.2—2009 第 6 章。

5.12.3 仪器

同 GB/T 23947.2—2009 第 7 章。

5.12.4 分析步骤

称取约 $0.50\text{ g}\pm 0.001\text{ g}$ 试样,置于 50 mL 烧杯中,加 5 mL 热水溶解,加 5 mL 盐酸,在水浴上蒸发至干涸,残渣用 5 mL 水溶解,全部转移至砷瓶中,以下按 GB/T 23947.2—2009 第 8 章中 8.2 的规定操作。

标准比色溶液的制备:移取 1.00 mL(优等品)、2.50 mL(一等品)砷标准溶液,置于砷瓶中,以下按 GB/T 23947.2—2009 第 8 章中 8.2 的规定与试样溶液同时同样处理。

5.13 pH 的测定

5.13.1 方法提要

用玻璃电极作为测量电极,甘汞电极作为参比电极,测定试验溶液的 pH。

5.13.2 试剂

无二氧化碳的水。

5.13.3 仪器和设备

5.13.3.1 指示电极:玻璃电极。

5.13.3.2 参比电极:甘汞电极。

5.13.3.3 复合电极。

5.13.3.4 酸度计:分度值为 0.1 pH 单位。

5.13.4 分析步骤

称取约 $5\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,用无二氧化碳的水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用酸度计测定试验溶液的 pH。

取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 0.1 pH 单位。

6 检验规则

6.1 本标准所有项目为出厂检验项目。

6.2 用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的溴酸钠产品为一批,每批产品不超过 3 t。

6.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。每一桶为一包装单元。采样时,将采样器自包装袋的

上方斜插至料层的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至约 500 g,立即装入两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6.5 按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 工业溴酸钠包装桶上应有牢固清晰的标志,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、生产许可证号及标志、本标准编号,以及 GB 190—2009 中规定的“氧化性物质”标签和 GB/T 191—2008 规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业溴酸钠都应附有质量证明书。内容包括生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业溴酸钠采用纸板桶包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为不小于 0.08 mm。外包装采用纸板桶,厚度为不小于 4 mm,其性能和检验方法应符合有关规定。包装时内包装塑料袋使用聚丙烯捆扎绳或其质量相当的绳分层对折分别扎口,或用与其相当的其他方式封口。外包装桶用卡紧圈卡紧,插好插销。每桶净含量 50 kg 或 25 kg。如果用户对包装另有要求,在符合相关规定的条件下协商解决。

8.2 工业溴酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,严禁明火,防止撞击、破损和摩擦。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。运输时单独装运,运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。运输时运输车辆应配备相应品种和数量的消防器材。严禁与酸类、易燃物、有机物、还原剂、自燃物品、遇湿易燃物品等并车混运。运输时车速不宜过快,不得强行超车。运输车辆装卸前后,均应彻底清扫、洗净,严禁混入有机物、易燃物等杂质。

8.3 工业溴酸钠应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮;防止日晒、受热。远离火种、热源。应与还原剂、易燃、可燃物,硫、磷、金属粉末、铵化合物等分开存放。

9 安全

9.1 根据 GB 12268—2005 中的分类:溴酸钠属于第 5.1 项氧化性物质。溴酸钠固体不应受热或摩擦,不应与还原性物质如:氰化物、可燃物、金属粉末或铵的化合物混储混运,这些混合物摩擦敏感度高并易着火爆炸;并应远离火源。

9.2 皮肤接触:脱去污染的衣着,用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤。眼睛接触:提起眼睑,用流动清水或生理盐水冲洗,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,立即输氧;如呼吸停止,立即进行人工呼吸。就医。食入:饮足量温水,催吐。就医。

9.3 人员防护:局部排风。操作人员应经过专门培训,严格遵守操作规程。建议操作人员佩戴防护用品。工作场所严禁吸烟。

9.4 泄漏应急处理:隔离泄漏污染区,限制进入污染区。建议应急处理人员戴好防护用品,防止直接接触泄漏物。小量泄漏:用铲子和扫帚收集,如燃烧场所用砂土、干燥石灰或苏打灰覆盖。大量泄漏:用塑料布、帆布覆盖,减少飞散,然后收集回收或运至专业废物处理场所处置。

9.5 灭火方式:喷水冷却容器,在保证安全的前提下将容器从火场移至空旷处。灭火剂:雾状水、砂土。

中华人民共和国

化工行业标准

工业溴酸钠

HG/T 2766-2011

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数16千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1155

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。

定价:12.00元

版权所有 违者必究