

前 言

本标准给出分析纯、化学纯二个级别。

本标准分析纯与美国化学协会技术规范化学试剂[ACS(2000年)]的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 1265—1977《化学试剂 溴化钠》，与 GB/T 1265—1977 相比主要变化如下：

- 将项目名称“水溶液反应”改为“pH(50 g/L, 25℃)”，规格由“合格”改为“5.5~8.5”[1977年版的技术条件中第3章、试验方法中第2章，本版的第4章和5.2]；
- 将澄清度试验的分析纯和化学纯的澄清度标准分别由“2号”、“4号”，调整为“3号”、“5号”[1977年版的试验方法中第3章(1)，本版的5.3]；
- 碘化物测定方法中的氧化剂由亚硝酸钠改为饱和溴水[1977年版的试验方法中第3章(5)，本版的5.7]；
- 硫酸盐的测定由乙醇法改为通用方法[1977年版的试验方法中第3章(6)，本版的5.8]；
- 增加了钾一项(本版的5.11)；
- 镁测定方法中取消了并列的化学分析法，保留火焰原子吸收光谱法[1977年版的试验方法中第3章(8)，本版的5.10]；
- 钙测定方法中取消了并列的火焰原子吸收光谱法，保留化学分析法[1977年版的试验方法中第3章(9)，本版的5.12]；
- 钡的测定由乙醇法改为晶种法[1977年版的试验方法中第3章(11)，本版的5.14]；
- 重金属的测定采用通用方法[1977年版的试验方法中第3章(12)，本版的5.15]。

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化学试剂分会归口。

本标准起草单位：成都化学试剂厂。

本标准主要起草人：陈俊儒、郭善培。

本标准于1977年首次发布。

化学试剂 溴化钠

分子式: NaBr

相对分子质量: 102.89(根据 1999 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂溴化钠的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

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/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
 GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
 GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
 GB/T 609—1988 化学试剂 总氮量测定通用方法(idt ISO 6353-1:1982)
 GB/T 619—1988 化学试剂 采样及验收规则
 GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)
 GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
 GB/T 9724—1988 化学试剂 pH 值测定通则(eqv ISO 6353-1:1982)
 GB/T 9728—1988 化学试剂 硫酸盐测定通则(neq ISO 6353-1:1982)
 GB/T 9735—1988 化学试剂 重金属测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
 GB/T 9738—1988 化学试剂 水不溶物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
 GB/T 9739—1988 化学试剂 铁测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
 GB 15346—1994 化学试剂 包装及标志
 HG/T 3484—1999 化学试剂 玻璃乳浊液和澄清度标准

3 性状

本试剂为白色结晶粉末,溶于水。

4 规格

溴化钠的规格见表 1。

表 1

名称	分析纯	化学纯
含量(NaBr)/%	≥99.0	≥98.0
pH 值(50 g/L, 25℃)	5.5~8.5	5.5~8.5
澄清度试验	合格	合格
水不溶物/ %	≤0.005	≤0.02
氯化物(Cl)/ %	≤0.2	≤0.5

表 1 (续)

名称	分析纯	化学纯
溴酸盐(BrO ₃)/%	≤0.001	≤0.003
碘化物(I)/%	≤0.02	≤0.05
硫酸盐(SO ₄)/%	≤0.002	≤0.005
总氮量(N)/%	≤0.001	≤0.002
镁(Mg)/%	≤0.000 5	≤0.002
钾(K)/%	≤0.1	—
钙(Ca)/%	≤0.002	≤0.005
铁(Fe)/%	≤0.000 2	≤0.000 5
钡(Ba)/%	≤0.002	≤0.005
重金属(以 Pb 计)/%	≤0.000 2	≤0.000 5

注：表中“%”指质量分数。

5 试验

本章中除另有规定外，所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品均按 GB/T 601—2002、GB/T 602—2002、GB/T 603—2002 的规定制备，实验用水应符合 GB/T 6682—1992 中三级水规格，样品均按精确至 0.01 g 称量。

5.1 含量

称取 0.3 g 样品，精确至 0.000 1 g。溶于 100 mL 水中，加 10 mL 乙酸溶液(质量分数为 5%)及 3 滴曙红钠盐指示液(5 g/L)，用硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 避光滴定至乳液呈红色。

溴化钠的质量分数 w ，数值以“%”表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

V ——硝酸银标准滴定溶液的体积的准确数值，单位为毫升(mL)；

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——溴化钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{NaBr}) = 102.89$]；

m ——样品质量的准确数值，单位为克(g)。

5.2 pH 值

按 GB/T 9724—1988 的规定测定。

5.3 澄清度试验

称取 20 g 样品，溶于 100 mL 水中，其浊度不得大于 HG/T 3484—1999 中规定的下列澄清度标准：

分析纯……………3号；

化学纯……………5号。

5.4 水不溶物

将测定澄清度试验的溶液，在水浴上保温 1 h 后，按 GB/T 9738—1988 的规定测定。

5.5 氟化物

称取 4 g 样品，溶于 100 mL 硝酸溶液(质量分数为 25%)中，在水浴上加热至溶液无色，用少量水洗涤瓶壁，继续加热 15 min，冷却，加 10.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 及 5 滴硝基苯，振摇 1 min，加 1 mL 硫酸铁铵指示液(80 g/L)，用硫氰酸铵标准滴定溶液 [$c(\text{NH}_4\text{SCN}) =$

0.1 mol/L]滴定至溶液呈红色。

氯化物的质量分数 w , 数值以“%”表示, 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(10.00 \times c_1 - V_2 c_2) M}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

10.00——硝酸银标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c_1 ——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL);

c_2 ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{Cl}) = 35.45$];

m ——样品质量的数值, 单位为克(g)。

5.6 溴酸盐

称取 2 g 样品, 溶于 20 mL 水中, 加 1 mL 碘化钾溶液(20 g/L)及 2 mL 硫酸溶液(质量分数为 5%), 摇匀, 于暗处放置 30 min。溶液所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的溴酸盐标准溶液:

分析纯.....0.02 mg BrO_3^- ;

化学纯.....0.06 mg BrO_3^- 。

与样品同时同样处理。

5.7 碘化物

5.7.1 甲酸溶液的制备

量取 19 mL 甲酸, 稀释至 100 mL。

5.7.2 测定方法

称取 1 g 样品, 溶于水, 稀释至 100 mL。取 10 mL, 稀释至 20 mL, 加 0.1 mL 饱和溴水, 摇匀, 放置 10 min, 加 0.4 mL 甲酸溶液, 摇匀, 放置 1 min, 溶液无色后加 0.2 mL 硫酸溶液(质量分数为 20%)、0.1 mL 碘化钾溶液(50 g/L), 用 5 mL 三氯甲烷萃取, 振摇 1 min, 静置分层后立即比色, 有机相所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的碘化物标准溶液:

分析纯.....0.02 mg I₂;

化学纯.....0.05 mg I₂。

稀释至 20 mL, 与同体积样品溶液同时同样处理。

5.8 硫酸盐

称取 1 g 样品, 溶于 20 mL 水中, 加 0.5 mL 盐酸溶液(质量分数为 20%)酸化后, 按 GB/T 9728—1988 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

分析纯.....0.02 mg SO_4^{2-} ;

化学纯.....0.05 mg SO_4^{2-} 。

与样品同时同样处理。

5.9 总氮量

称取 2 g 样品, 溶于水, 稀释至 140 mL, 按 GB/T 609—1988 的规定测定。溶液所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的氮标准溶液:

分析纯.....0.02 mg N;

化学纯.....0.04 mg N。

与样品同时同样处理。

5.10 镁

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.10.1 仪器条件

光源:镁空心阴极灯;

波长:285.2 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.10.2 测定方法

称取 5 g 样品,溶于水,加 2 mL 盐酸溶液(质量分数为 20%),稀释至 100 mL。取 20 mL(化学纯取 10 mL),共四份,按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.11 钾

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.11.1 仪器条件

光源:钾空心阴极灯;

波长:766.5 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.11.2 测定方法

称取 0.5 g 样品,溶于水,加 2 mL 盐酸溶液(质量分数为 20%),稀释至 100 mL。取 4 mL,共四份,按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.12 钙

称取 1 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL,取 10 mL,加 10 mL 乙醇(体积分数为 95%)、0.5 mL 混合碱及 1 mL 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2 g/L),摇匀,放置 5 min,用 5 mL 三氯甲烷萃取(温度不超过 30℃),立即比色,有机相所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的钙标准溶液:

分析纯.....0.002 mg Ca;

化学纯.....0.005 mg Ca。

稀释至 10 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

5.13 铁

称取 2 g 样品,置于蒸发皿中,加 2 mL 硫酸(1+1),缓缓加热至硫酸蒸气逸尽,冷却。残渣溶于 15 mL 水中,用氨水溶液(质量分数为 10%)将溶液 pH 值调至 2 后,按 GB/T 9739—1988 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

分析纯.....0.004 mg Fe;

化学纯.....0.010 mg Fe。

稀释至 15 mL,用盐酸溶液(质量分数为 15%)将溶液 pH 值调至 2,与调节后的试液同时同样处理。

5.14 钡

称取 4 g 样品(化学纯取 2g),溶于水,稀释至 20 mL。将 0.25 mL 氯化钡溶液(0.2 g/L)与 1 mL 硫酸溶液(质量分数为 20%)混合(晶种溶液),放置 1 min 后,加入上述溶液,稀释至 25 mL,摇匀,放置 15 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的钡标准溶液:

分析纯.....0.08 mg Ba;

化学纯.....0.10 mg Ba。

与样品同时同样处理。

5.15 重金属

称取 6 g 样品,溶于 20 mL 水中后,按 GB/T 9735—1988 的规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 1 g 样品及含下列数量的铅标准溶液:

分析纯.....0.010 mg Pb;

化学纯.....0.025 mg Pb。

与样品同时同样处理。

6 检验规则

按 GB/T 619—1988 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346—1994 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4 类;

内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。
