

ГОСТ 2062-77

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР
РЕАКТИВЫ
КИСЛОТА БРОМИСТОВОДОРОДНАЯ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
REAGENTS. HYDROBROMIC ACID. SPECIFICATIONS

ОКП 26 1231 0010 00

Дата введения 1979-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

Л.И.Волковая, Л.М.Николаева, З.М.Ривина, З.А.Жукова, Л.В.Кидиярова, Т.К.Палдина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.12.77 года N 2996

3. Срок первой проверки - 1992 г.

Периодичность проверки - 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 2062-67

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007-76	6.1
ГОСТ 195-77	3.7.1
ГОСТ 1277-75	3.7.1
ГОСТ 1770-74	3.2.1, 3.4.1, 3.3, 3.7.1, 3.9
ГОСТ 3760-79	3.6, 3.7.1, 3.9, 3.10
ГОСТ 3885-73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4168-79	3.7.1
ГОСТ 4204-77	3.3
ГОСТ 4212-76	3.4.1

ГОСТ 4232-74	3.4.1
ГОСТ 4328-77	3.2.1
ГОСТ 4457-74	3.4.1
ГОСТ 4461-77	3.7.1
ГОСТ 5789-78	3.4.1
ГОСТ 6709-72	3.2.1, 3.4.1, 3.7.1
ГОСТ 10485-75	3.9, Приложение 2
ГОСТ 10555-75	3.8, Приложение 1
ГОСТ 10671.5-74	3.5
ГОСТ 10671.6-74	3.6
ГОСТ 10929-76	3.7.1
ГОСТ 14192-77	4.1a
ГОСТ 17319-76	3.10
ГОСТ 18300-87	3.4.1
ГОСТ 19433-88	4.1a
ГОСТ 25336-82	3.2.1, 3.4.1, 3.7.1
ГОСТ 25794.1-83	3.2.1
ГОСТ 25794.3-83	3.7.1
ГОСТ 27025-86	3.1a
ГОСТ 27184-86	3.3
ИСО 6353-3-87	Вводная часть
ИСО 6353-1-82	Вводная часть

6. Ограничение срока действия снято по Протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6-93)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1997 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в июле 1983 г., ноябре 1987 г., феврале 1993 г. (ИУС 10-83, 2-88, 8-93)

ВНЕСЕНА поправка, опубликованная в ИУС N 10, 2010 год

Поправка внесена изготовителем базы данных

Настоящий стандарт распространяется на реактив - бромистоводородную кислоту, которая представляет собой бесцветную или слегка желтоватую жидкость плотностью 1,38 г/см³ (40%-ный раствор) и 1,46 г/см³ (46%-ный раствор).

Формула HBr.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) - 80,91.

Допускается изготовление бромистоводородной кислоты по ИСО 6353-3-87 (Р.66) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353-1-82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Бромистоводородная кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям бромистоводородная кислота должна соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.)	Чистый (ч.)
	ОКП 26 1231 0012 09	ОКП 26 1231 0011 10
1. Массовая доля бромистоводородной кислоты (HBr), %, не менее	46,0	40,0
2. Массовая доля остатка после прокаливании в виде сульфатов, %, не более	0,002	0,005
3. Массовая доля йодидов (J), %, не более	0,0002	0,0010
4. Массовая доля сульфатов (SO ₄), %, не более	0,002	0,005
5. Массовая доля фосфатов (PO ₄), %, не более	0,0002	0,0020
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,015	0,10
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0005
8. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00001	0,00005
9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0005

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю йодидов, сульфатов, фосфатов, мышьяка и тяжелых металлов изготовитель определяет периодически в одной из десяти партий.

(Введен дополнительно, Изм. N 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г или ВЛЭ-200 г и ВЛКТ-500 г-М.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Масса средней пробы должна быть не менее 360 г. Количество бромистоводородной кислоты, необходимое для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или цилиндром с погрешностью не более 1% (по объему).

(Измененная редакция, Изм. N 1, 3).

3.2. Определение массовой доли бромистоводородной кислоты

3.2.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метиловый красный (индикатор); раствор с массовой долей индикатора 0,2%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH})=1$ моль/дм³ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1

Бюретка 1(2)-2-50-0,1 по НТД.

Колба Кн-1-250-24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-50-2 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.2.2. Проведение анализа

2 см³ (3 г) препарата быстро помещают в коническую колбу (с притертой пробкой), взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, куда предварительно внесено 15 см³ воды, и снова взвешивают с той же точностью. По разности взвешиваний определяют массу препарата.

Затем к раствору прибавляют 2 капли раствора метилового красного и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм³ (1 н.) до перехода красной окраски раствора в желтую.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю бромистоводородной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,08091 \cdot 100}{m} - 2,27 \cdot X_2,$$

где V - объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,08091 - масса бромистоводородной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм³, г;

2,27 - коэффициент пересчета массовой доли хлоридов на бромистоводородную кислоту;

m - масса навески препарата, г;

X_2 - массовая доля хлоридов, определяемая по п.3.7, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,1%, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов проводят по ГОСТ 27184.

При этом к 34 см³ (50 г) препарата квалификации "чистый для анализа" или 36 см³ (50 г) препарата квалификации "чистый", взятые по объему цилиндром 1(3)-50-2 (ГОСТ 1770) прибавляют 1 каплю химически чистой серной кислоты (ГОСТ 4204) и выпаривают досуха на электрической плитке, покрытой слоем асбеста, не допуская разбрызгивания.

3.2, 3.3. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.4. Определение массовой доли йодидов

3.4.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бриллиантовый зеленый (индикатор); спиртовой раствор с массовой долей индикатора 0,25%. Полученный раствор разбавляют водой 1:2.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457, х.ч. раствор с массовой долей 0,01%.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч.

Раствор, содержащий йодиды, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации йодидов 0,01 мг/см³ J.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Толуол по ГОСТ 5789.

Фенол по ТУ 6-09-5303-86, раствор с массовой долей 0,5%.

Воронка ВД-1 (2, 3)-250 ХС по ГОСТ 25336.

Колба 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 6-2-5(10) по НТД.

Спектрофотометр СФ-16, концентрационный фотоэлектрический колориметр КФК-2.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.4.2. Проведение анализа

8,6 см³ (12,5 г) препарата квалификации "чистый для анализа" или 9,1 см³ (12,5 г) препарата квалификации "чистый" помещают в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

В три делительные воронки помещают по 50 см³ полученного раствора (соответствуют 2,5 г препарата). Затем в третью делительную воронку вводят раствор, содержащий 0,002 мг йодидов. Во вторую и третью делительные воронки прибавляют по 1 см³ раствора бромноватокислого калия, перемешивают и выдерживают 10 мин.

Затем в каждую делительную воронку прибавляют по 0,1 см³ раствора фенола и перемешивают. Через 2 мин прибавляют по 1,5 см³ разбавленного раствора бриллиантового зеленого, перемешивают, прибавляют по 10 см³ толуола и сразу же встряхивают в течение 2 мин. Спустя 30 мин водный раствор отделяют и отбрасывают, а экстракт (толуольный слой) сливают в сухую кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм и измеряют оптическую плотность по отношению к толуолу на спектрофотометре при длине волны (610±10) нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны (670±10) нм.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

3.4.3. Обработка результатов

Массовую долю йодидов (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{2 \cdot (D_2 - D_1) \cdot 100}{(D_3 - D_2) \cdot 2,5 \cdot 1000000},$$

где D_1 - оптическая плотность экстракта из 1-й делительной воронки;

D_2 - оптическая плотность экстракта из 2-й делительной воронки;

D_3 - оптическая плотность экстракта из 3-й делительной воронки.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,37 см³ (2 г) препарата квалификации "чистый для анализа" или 0,36 см³ (0,5 г) препарата квалификации "чистый", взятые по объему пипеткой 4(5)-2-2 (по НТД), помещают в стакан или колбу, доводят водой объем до 10 см³, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25% (ГОСТ 3760) по красной или синей лакмусовой бумаге, доводят объем раствора водой до 25 см³. Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

Значение оптической плотности анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, содержащему, кроме реактивов, предусмотренных ГОСТ 10671.5, объем раствора аммиака, израсходованный на нейтрализацию.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 0,04 мг,

для препарата чистый - 0,10 мг.

Допускается проводить определение визуально из навески 0,5 г после нейтрализации препарата.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.6. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6. При этом 3,4 см³ (5 г) препарата квалификации "чистый для анализа" или 3,6 см³ (5 г) препарата квалификации "чистый", взятые по объему пипеткой 6-2-5 (по НТД), помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, разбавляют 5 см³ воды, нейтрализуют раствором аммиака х.ч. (ГОСТ 3760) в присутствии 1-2 капель раствора α -нитрофенола с массовой долей 0,2%, охлаждают до комнатной температуры, доводят объем раствора водой до 15 см³ и далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса фосфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 0,01 мг,

для препарата чистый - 0,10 мг.

Допускается проводить определение визуально. Одновременно в тех же условиях и с теми же реактивами проводят контрольный опыт, определяя массовую долю фосфатов в применяемом для нейтрализации количестве аммиака, и при их обнаружении в результате анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

3.7. Определение массовой доли хлоридов

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Иономер ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Электрод серебряный индикаторный, изготовленный в виде спирали из серебряной проволоки длиной 300 мм, диаметром 1,0-1,5 мм или из серебряной пластины длиной 100 мм, шириной 10 мм. Перед применением поверхность электрода чистят тонкой наждачной бумагой и выдерживают в растворе азотной кислоты до появления пузырьков на поверхности металла. При повторном использовании серебряный электрод сначала помещают в раствор аммиака для растворения налета азотнокислого серебра, а затем в раствор азотной кислоты.

Электрод хлорсеребряный с мостиком, заполненный насыщенным раствором азотнокислого натрия, или ртутно-каломельный, насыщенный азотнокислым натрием.

Бюретка 3-2-25-0,10 по НТД.

Колба Кн-2-100-18 ТС по ГОСТ 25336.

Стакан Н-2-250 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-10-2 и 1-25-2 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., разбавленная 1:2.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168, насыщенный раствор.

Натрий сернистокислый 7-водный или натрий сернистокислый по ГОСТ 195; раствор с массовой долей 3%.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор молярной концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

3.7.2. Проведение анализа

7,2 см³ (10 г) препарата квалификации "чистый для анализа" или 6,8 см³ (10 г) препарата квалификации "чистый", взятые по объему цилиндром вместимостью 10 см³, помещают в коническую колбу, прибавляют 25 см³ раствора азотной кислоты и 5 см пероксида водорода. Содержимое колбы перемешивают и нагревают на песчаной бане или на электроплитке при температуре около 200 °С до обесцвечивания, поддерживая объем постоянным. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в стакан, прибавляют 50-80 см³ воды, 2-3 капли раствора сернистокислого натрия и титруют из бюретки раствором азотнокислого серебра, прибавляя его порциями по 0,1 см³. После каждой порции титранта носик бюретки промывают 2-3 каплями воды.

Сначала титруется оставшийся бром-ион (первый скачок потенциала), затем хлор-ион (второй скачок потенциала). Разность потенциалов считают установившейся, если она не меняется в течение 1 мин.

3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю хлоридов (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,001773 \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на суммарное титрование бром-иона и хлор-иона, см³;

V_1 - объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование бром-иона (первый скачок потенциала), см³;

m - масса навески препарата, г;

0,001773 - масса хлоридов, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислого серебра молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³.

Объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование $V(V_1)$ в кубических сантиметрах, вычисляют с точностью до второго десятичного знака по формуле

$$V(V_1) = V_H + \frac{0,1 \cdot A}{A + B},$$

где V_H - объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,05 моль/дм³, соответствующий точке начала скачка потенциала, см³;

A - разность потенциалов после скачка, мВ;

B - разность потенциалов до скачка, мВ;

0,1 - интервал дозировки раствора азотнокислого серебра при титровании, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,003%.

Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа $\pm 0,002\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.7, 3.7.1-3.7.3. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 3,4 см³ (5 г) препарата квалификации "чистый для анализа" или 3,6 см³ (5 г) препарата квалификации "чистый", взятые по объему пипеткой 6-2-5 (НТД), помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до 20 см³ и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 0,005 мг,

для препарата чистый - 0,025 мг.

Допускается измерение оптической плотности при длине волны 400-440 нм.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.9. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485. При этом 6,8 см³ (10 г) препарата квалификации "чистый для анализа", взятые по объему цилиндром 1(3)-10-2 (ГОСТ 1770), или 3,6 см³ (5 г) препарата квалификации "чистый", взятые по объему пипеткой 6-2-5 (НТД), помещают в колбу прибора для определения мышьяка, разбавляют 10 см³ воды, нейтрализуют раствором аммиака х.ч. (ГОСТ 3760) по лакмусовой бумаге, доводят объем раствора водой до 30 см³ и далее определение проводят с применением бромнортутной бумаги в солянокислой среде, выдержав после прибавления раствора хлорида олова (II) колбу прибора открытой в течение 1 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромнортутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа - 0,0010 мг As,

для препарата чистый - 0,0025 мг As,

30 см³ раствора хлорида олова (II), 5 см³ раствора йодистого калия и 5 г цинка.

3.8, 3.9. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.10. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 3,4 см³ (5 г) препарата квалификации "чистый для анализа" или 3,6 см³ (5 г) препарата квалификации "чистый", взятые по объему пипеткой 6-2-5 (по НТД), помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 20 см³), растворяют в 10 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, нейтрализуют раствором аммиака х.ч. ГОСТ 3760 по лакмусовой бумаге, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят тиацетамидным методом (фотометрически или визуально), не прибавляя раствор виннокислого калия-натрия.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса тяжелых металлов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 0,010 мг,

для препарата чистый - 0,025 мг.

Одновременно в тех же условиях и с теми же реактивами проводят контрольный опыт, определяя массовую долю тяжелых металлов в применяемом для нейтрализации количестве аммиака, и при их обнаружении в результате анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ проводят фотометрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 3т-1; 3т-5; 8-5.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII не более 8 кг.

4.1а. Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192*. На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 8, подкласс 8.1, черт.8, классификационный шифр 8172) и серийный номер ООН - 1788.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 14192-96. - Примечание изготовителя базы данных.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие бромистоводородной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - три года со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Бромистоводородная кислота может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожи и нарушать функции центральной нервной системы и терморегуляцию.

Предельно допустимая концентрация бромистого водорода в воздухе рабочей зоны - 2 мг/м^3 . Бромистый водород относится к веществам 3-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

(Изменяенная редакция, Изм. N 2).

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (противогазы марок В, БКФ или респираторы, резиновые сапоги и перчатки, прорезиненные фартуки). Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией; анализ препарата необходимо проводить в вытяжном шкафу.

6.4. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

6.5. Жидкие отходы производства возвращаются в производственный цикл.

6.6. В воздухе рабочей зоны бромистый водород в присутствии брома определяют способом, основанным на поглощении раствором мышьяковистой кислоты с последующим взаимодействием с азотнокислым серебром.

6.5, 6.6. (Введены дополнительно, Изм. N 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 Обязательное

ИСО 6353-3-87 РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ.

ВТОРАЯ СЕРИЯ

Р.66 БРОМИСТОВОДОРОДНАЯ КИСЛОТА

Относительная молекулярная масса	- 80,92
Р.66.1 Техническое описание	
Массовая доля бромистоводородной кислоты (HBr), %	47-49
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,03
Массовая доля йодида (J), %, не более	Испытание (около 0,002%)
Массовая доля фосфатов (PO ₄), %, не более	0,0005
Массовая доля суммы сульфатов и сульфитов (в виде SQ), %, не более	0,003
Массовая доля мышьяка, (As), %, не более	0,0002

Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002
Массовая доля остатка после прокаливании в виде сульфатов, %, не более	0,005

Примечание. Бромистоводородная кислота с массовой долей 40 и 50% также выпускаются промышленностью.

Р.66.2. Приготовление испытуемого раствора

К 50 г (34 см^3) образца по каплям добавляют объем бромной воды, необходимый для получения устойчивой желтой окраски, а затем добавляют 1 см^3 раствора карбоната натрия с массовой долей 10%. Раствор выпаривают досуха на водяной бане, полученный остаток растворяют в 1 см^3 воды и $0,1 \text{ см}^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25% при осторожном нагревании, а затем разбавляют водой до 50 см^3 .

Р.66.3. Проведение анализа

Р.66.3.1. Определение массовой доли бромистоводородной кислоты

0,3 г образца, взвешенного с точностью 0,0001 г, запаивают в тонкостенную ампулу и помещают ее в коническую колбу вместимостью 500 см^3 , содержащую 200 см^3 воды. Колбу закрывают пришлифованной стеклянной пробкой. Сильно встряхнув, разбивают ампулу и через 5 мин вынимают и ополаскивают пробку водой. Раствор титруют титрованным раствором гидроксида натрия, $c(\text{NaOH})=1 \text{ моль/дм}^3$, по метилоранжевому индикатору.

$1,00 \text{ см}^3$ раствора гидроксида натрия $c(\text{NaOH})=1,000 \text{ моль/дм}^3$, соответствует 0,08092 г HBr.

Р.66.3.2. Определение массовой доли хлоридов

Помещают 1 г ($0,68 \text{ см}^3$) образца в круглодонную колбу, содержащую небольшие стеклянные гранулы и смесь из 35 см^3 воды и 15 см^3 азотной кислоты. Медленно нагревают до момента закипания и пропускают поток азота через раствор до тех пор, пока раствор не обесцветится полностью. Общий объем раствора должен быть не менее 40 см^3 . После охлаждения раствор разбавляют водой до 100 см^3 .

К 20 см^3 полученного раствора добавляют 1 см^3 титрованного раствора нитрата серебра, $c(\text{AgNO}_3)=0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Сравнивают помутнение полученного раствора с помутнением титрованного раствора, приготовленного таким же образом, используя 3 см^3 хлоридного раствора сравнения I ($3 \text{ см}^3=0,03\% \text{ Cl}$). Раствор сравнения I готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:10. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и перемешивают.

Р.66.3.3. Определение массовой доли йодидов

4 г ($2,7 \text{ см}^3$) образца разбавляют 20 см^3 воды, прибавляют $0,2 \text{ см}^3$ раствора хлорида железа (III) и 5 см^3 хлороформа. Полученный раствор оставляют на 5 мин, а затем встряхивают в течение 1 мин.

Хлороформенный слой не должен иметь намека на фиолетовую окраску.

Р.66.3.4. Определение массовой доли фосфатов

Берут 5 см³ испытуемого раствора (Р.66.2), разбавляют водой до 20 см³ и проводят анализ по ОМ 4*.

* Общие методы анализа (ОМ) - по ИСО 6353-2-82.

Готовят контрольный раствор, используя 2,5 см³ фосфатного раствора сравнения II (2,5 см³ = 0,0005% PO₄). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,43 г KH₂PO₄ растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.66.3.5. Определение массовой доли суммы сульфатов и сульфитов

Берут 5 см³ испытуемого раствора (Р.66.2), разбавляют водой до 20 см³ и далее проводят анализ по ОМ 3*.

* Общие методы анализа (ОМ) - по ИСО 6353-2-82.

Готовят контрольный раствор, используя 1,5 см³ сульфатного раствора сравнения I (1 см³ = 0,002% SO₄). Раствор сравнения I готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:10. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,81 г K₂SO₄ растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.66.3.6. Определение массовой доли мышьяка

1 г (0,68 см³) образца разбавляют водой до 40 см³ и проводят анализ по ОМ 11*.

* Общие методы анализа (ОМ) - по ИСО 6353-1-82.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см³ мышьяксодержащего раствора сравнения III (2 см³ = 0,0002% As). Раствор сравнения III готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:1000. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,32 г As₂O₃ растворяют в 3 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 27%, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.66.3.7. Определение массовой доли тяжелых металлов

Берут 4 см³ испытуемого раствора (Р.66.2), разбавляют водой до 20 см³ и проводят анализ по ОМ 7*.

* Общие методы анализа (ОМ) - по ИСО 6353-1-82.

Готовят контрольный раствор сравнения, используя 2 см³ свинецсодержащего раствора сравнения II (2 см³ = 0,0005% Pb). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,60 г Pb(NO₃)₂ растворяют в воде, добавляют 1 см³ HNO₃, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³.

Р.66.3.8. Определение массовой доли железа

Берут 10 см³ испытуемого раствора (Р.66.2) и далее анализ проводят по ГОСТ 10555 фенантролиновым методом.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см³ железного раствора сравнения II (2 см³ = 0,0002% Fe). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 8,63 г NH₄Fe(SO₄)·12H₂O растворяют в 10 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 25%, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³.

Р.66.3.9. Определение массовой доли остатка после прокаливании в виде сульфатов

Анализ проводят по ОМ 17* из навески 40 г (27 см³). Масса остатка не должна превышать 2 мг.

* Общие методы анализа (ОМ) - по ИСО 6353-1-82.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2 Обязательное

ИСО 6353-1-82

РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. ЧАСТЬ 1. ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ (ОМ)

5.4. Определение массовой доли фосфатов (ОМ 4)

К указанному объему испытуемого раствора добавляют 5 см³ раствора молибдата аммония с массовой долей 10%. Доводят pH раствора до 1,8 и нагревают раствор до кипения. Охлаждают, добавляют 12,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 15% и экстрагируют 20 см³ диэтилового эфира. Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5% и восстанавливают молибденофосфатный комплекс 0,2 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 2% в соляной кислоте. Сравнивают интенсивность окраски полученного органического слоя с интенсивностью окраски органического слоя, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.3. Определение массовой доли сульфатов

Смешивают 0,25 см³ раствора сернокислого калия с массовой долей 0,02% в этиловом спирте с объемной долей 30% с 1 см³ раствора дигидрата хлорида бария с массовой долей 25% (затравочный раствор). Точно через 1 мин к этой смеси прибавляют указанный объем испытуемого раствора, который предварительно подкисляют 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 20%. Через 5 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

5.11. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485 методом с применением диэтилдитиокарбамата серебра визуально.

5.7*. Определение массовой доли тяжелых металлов (в виде Pb) (ОМ 7)

* Нумерация соответствует оригиналу. - Примечание изготовителя базы данных.

Прибавляют 0,2 см³ раствора уксусной кислоты с массовой долей 30% к указанному объему испытуемого раствора и насыщают его сероводородом или используют подходящее количество сероводородной воды.

Сравнивают коричневый цвет испытуемого и контрольного растворов.

5.17. Определение массовой доли остатка после прокаливании в виде сульфатов

Помещают указанную навеску в подходящий тигель или посуду, предварительно нагретую в печи, отрегулированной на температуру (650 ± 50) °С в течение 15 мин, охлажденную в эксикаторе и взвешенную с точностью

до 0,1 мг. Прибавляют $0,25 \text{ см}^3$ раствора серной кислоты и нагревают в хорошо вентилируемом шкафу, не доводя до кипения до тех пор, пока навеска не испарится полностью, избегая возгорания органических продуктов. При необходимости продолжают слабое нагревание до полного исчезновения дыма, затем нагревают в печи, отрегулированной на (650 ± 50) °С в течение 15 мин (если не оговорено иначе), охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Примечание. Если навеска велика, может оказаться более удобным обугливать большие навески несколькими последовательными партиями после прибавления $0,5 \text{ см}^3$ раствора серной кислоты ко всей навеске.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. (Введены дополнительно, Изм. N 3).

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: ИПК Издательство стандартов, 1997

Редакция документа с учетом
изменений и дополнений подготовлена
АО "Кодекс"