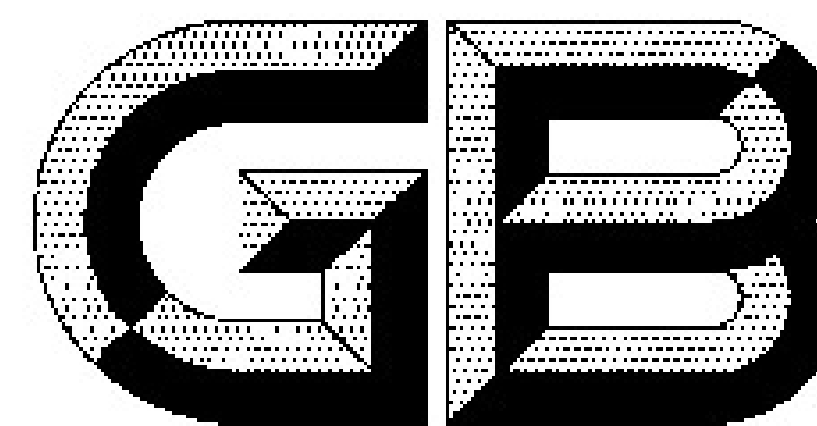




中华人民共和国国家标准

GB/T 649—2023

代替 GB/T 649—1999

化学试剂 溴化钾

Chemical reagent—Potassium bromide

2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。

本文件代替 GB/T 649—1999《化学试剂 溴化钾》，与 GB/T 649—1999 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了澄清度试验的技术要求，由“合格”调整为“ ≤ 2 号”“ ≤ 4 号”（见第 5 章，1999 年版的第 4 章）；
- 增加了干燥失量的技术要求及测定方法（见第 5 章、6.6）；
- 更改了氯化物的技术要求及测定方法，分析纯技术要求由“ $\leq 0.2\%$ ”调整为“ $\leq 0.1\%$ ”，化学纯技术要求由“ $\leq 0.5\%$ ”调整为“ $\leq 0.2\%$ ”（见第 5 章、6.7，1999 年版的第 4 章、5.5）；
- 增加了还原高锰酸钾物质的技术要求及测定方法（见第 5 章、6.18）；
- 增加了钙的火焰原子吸收光谱法的测定方法（6.14.2）；
- 更改了检验规则（见第 7 章，1999 年版的第 6 章）；
- 更改了包装及标志（见第 8 章，1999 年版的第 7 章）。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会化学试剂分技术委员会（SAC/TC 63/SC 3）归口。

本文件起草单位：西陇科学股份有限公司、北京化学试剂研究有限责任公司。

本文件主要起草人：王军波、余辣娇、郭奕奇、王玉华、李海洋、赵季飞、韩宝英、黄萍青、林旭东、周玉斌、王连旺、孟宪冬。

本文件于 1965 年首次发布，1977 年第一次修订，1999 年第二次修订，本次为第三次修订。

化学试剂 溴化钾

1 范围

本文件规定了化学试剂溴化钾的性状、技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。
本文件适用于化学试剂溴化钾的检验。
注：化学试剂溴化钾分子式为 KBr，相对分子质量为 119.00(根据 2022 年国际相对原子质量)，CAS 号为 7758-02-3。

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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 609 化学试剂 总氮量测定通用方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
- GB/T 9735—2008 化学试剂 重金属测定通用方法
- GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法
- GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法
- GB 15346 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3484—1999 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准
- HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 性状

溴化钾为白色结晶或粉末，溶于水。

5 技术要求

溴化钾的技术要求见表 1。

表 1 溴化钾的技术要求

项目	分析纯	化学纯
溴化钾(KBr),w/%	≥99.0	≥98.0
pH 值(50 g/L,25 ℃)	5.5~8.5	5.5~8.5
澄清度试验/号	≤2	≤4
水不溶物,w/%	≤0.005	≤0.01
干燥失量,w/%	≤0.3	≤0.5
氯化物(Cl),w/%	≤0.1	≤0.2
溴酸盐(BrO ₃),w/%	≤0.001	≤0.003
碘化物(I),w/%	≤0.005	≤0.01
硫酸盐(SO ₄),w/%	≤0.002	≤0.005
总氮量(N),w/%	≤0.001	≤0.002
钠(Na),w/%	≤0.02	≤0.05
镁(Mg),w/%	≤0.000 5	≤0.002
钙(Ca),w/%	≤0.002	≤0.005
铁(Fe),w/%	≤0.000 2	≤0.000 5
钡(Ba),w/%	≤0.002	≤0.005
重金属(以 Pb 计),w/%	≤0.000 2	≤0.000 5
还原高锰酸钾物质(以 O 计),w/%	≤0.000 2	≤0.000 2

6 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，一些试验过程可能导致危险情况，操作者有责任采取适当的安全和健康措施。

6.1 一般规定

本章中除另有规定外，所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备，所用试剂均为分析纯及以上规格，试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格，样品均按精确至 0.01 g 称取，所用溶液以百分数“%”表示的除“乙醇(95%)”外均为质量分数。

6.2 溴化钾

称取 0.4 g(精确至 0.000 1 g)样品，溶于 100 mL 水中，加 10 mL 乙酸溶液(5%)及 3 滴曙红钠盐指示液(5 g/L)，用硝酸银标准滴定溶液[$c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$]避光滴定至沉淀表面呈红色。

溴化钾的质量分数(w_1)按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{VcM}{m \times 1\,000} \times 100\%$$

.....(1)

式中：

V ——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 ——溴化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{KBr})=119.0 \text{ g/mol}$];

m ——样品的质量,单位为克(g)。

2次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%,取2次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.3 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

6.4 澄清度试验

称取 20 g 样品,溶于 100 mL 水中,其浊度不应大于 HG/T 3484—1999 中表 2 规定的 2 号(分析纯)或 4 号(化学纯)澄清度标准(保留此溶液,用于水不溶物测定)。

6.5 水不溶物

将测定澄清度试验的溶液(6.4),在水浴上保温 1 h 后,按 GB/T 9738 的规定测定。

2次平行测定结果的绝对差值不大于0.002%,取2次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.6 干燥失量

称取 2 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于已在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒量的称量瓶中,于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电烘箱中干燥至恒量。

干燥失量的质量分数(w_2)按式(2)计算:

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

式中:

m ——干燥前样品的质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥恒量后样品的质量,单位为克(g)。

2次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%,取2次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.7 氯化物

称取 0.4 g 样品,置于 150 mL 锥形瓶中,加 10 mL 硝酸(25%)、3 mL 30%过氧化氢,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,稀释至 100 mL。取 5 mL,稀释至 20 mL,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.02 mg(分析纯)或 0.04 mg(化学纯)的氯化物(Cl)标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

6.8 溴酸盐

称取 2 g 样品,溶于 20 mL 水中,加 2 mL 硫酸溶液(5%),1 mL 碘化钾溶液(20 g/L),摇匀,放置 30 min。溶液所呈黄色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.02 mg(分析纯)或 0.06 mg(化学纯)的溴酸盐(BrO_3)标准溶液,与样品同时同样处理。

6.9 碘化物

6.9.1 甲酸溶液的制备

量取 19 mL 甲酸,稀释至 100 mL。

6.9.2 测定方法

称取 0.5 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 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(20%)及 0.1 mL 碘化钾溶液(50 g/L),用 3 mL 三氯甲烷萃取,振摇 1 min,静置分层,立即比色。有机层所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.005 mg(分析纯)或 0.010 mg(化学纯)的碘化物(I)标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

6.10 硫酸盐

称取 1 g 样品,溶于 20 mL 水中,用 0.5 mL 盐酸溶液(20%)酸化后,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.02 mg(分析纯)或 0.05 mg(化学纯)的硫酸盐(SO_4)标准溶液,与样品同时同样处理。

6.11 总氮量

称取 2 g 样品,按 GB/T 609 的规定测定。溶液所呈黄色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.02 mg(分析纯)或 0.04 mg(化学纯)的氮(N)标准溶液,与样品同时同样处理。

6.12 钠

6.12.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.12.2 仪器条件

光源:钠空心阴极灯。

波长:589.0 nm。

火焰:乙炔-空气。

6.12.3 测定方法

称取 0.5 g 样品,溶于水,加 2 mL 盐酸溶液(20%),稀释至 100 mL。取 10 mL,共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

2 次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005%,取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.13 镁

6.13.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.13.2 仪器条件

光源:镁空心阴极灯。

波长:285.2 nm。

火焰:乙炔-空气。

6.13.3 测定方法

称取 5 g 样品,溶于水,加 2 mL 盐酸溶液(20%),稀释至 100 mL。取 20 mL(化学纯取 10 mL),共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

2 次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 1%,取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.14 钙

6.14.1 化学分析法(仲裁法)

称取 1 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 10 mL,加 10 mL 乙醇(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 °C),立即比色。有机层所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.002 mg(分析纯)或 0.005 mg(化学纯)的钙(Ca)标准溶液,稀释至 10 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

6.14.2 火焰原子吸收光谱法

6.14.2.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.14.2.2 仪器条件

光源:钙空心阴极灯。

波长:422.7 nm。

火焰:乙炔-空气。

6.14.2.3 测定方法

称取 25 g 样品,溶于水,加 5 mL 盐酸溶液(20%),稀释至 100 mL。取 20 mL(化学纯取 10 mL),共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

2 次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 5%,取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.15 铁

称取 2g 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(10%)将溶液 pH 值调至 2 后,按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.004 mg(分析纯)或 0.010 mg(化学纯)的铁(Fe)标准溶液,稀释至 15 mL,用盐酸溶液(15%)将溶液 pH 值调至 2,与调节后的试液同时同样处理。

6.16 钡

称取 4 g(化学纯取 2 g)样品,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(20%)混合(品种溶液),放置 1 min 后,加入上述溶液,稀释至 25 mL,摇匀,放置 15 min。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.08 mg(分析纯)或 0.10 mg(化学纯)的钡(Ba)标准溶液,与样品同时同样处理。

6.17 重金属

称取 6 g 样品,溶于 20 mL 水中,按 GB/T 9735—2008 中 5.1 的规定测定。溶液所呈暗色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 1 g 样品及含 0.010 mg(分析纯)或 0.025 mg(化学纯)的铅(Pb)标准溶液,与样品同时同样处理。

6.18 还原高锰酸钾物质

称取 8 g 样品,置于 100 mL 具塞比色管中,溶于 50 mL 水中,加 0.20 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.01\text{ mol/L}$],摇匀,盖紧比色管,在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 避光,放置 10 min。溶液所呈红色不应消失。

7 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

8 包装及标志

按 GB 15346 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。
-