

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g);

$M_1$ ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M_1 = 79.90$ )。

#### 4.2.6 允许差

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

### 4.3 氯化物含量的测定

#### 4.3.1 方法提要

以玻璃电极为参比电极,以银电极为指示电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定至出现电位突跃点。即可根据工作电池电动势的变化,确定滴定终点。

#### 4.3.2 试剂和材料

##### 4.3.2.1 冰乙酸。

##### 4.3.2.2 硝酸溶液:1+1。

##### 4.3.2.3 氢氧化钠溶液:60 g/L。

##### 4.3.2.4 苛性亚砷酸钠溶液:称取 6 g 三氧化二砷溶于 100 mL 氢氧化钠溶液中。

##### 4.3.2.5 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.1 mol/L。

#### 4.3.3 仪器、设备

自动电位滴定仪。

#### 4.3.4 分析步骤

称取约 0.5 g 样品,精确至 0.2 mg,置于 150 mL 烧杯中,加入 60 mL 去离子水。缓慢加入 10 mL 苛性亚砷酸钠溶液和 10 mL 冰乙酸并放至自动电位滴定仪上搅拌直至样品溶解。然后加入 5 mL 硝酸溶液,用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定,直至出现第一突跃点和第二突跃点。

#### 4.3.5 结果计算

氯化物以质量分数  $w_3$  计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{(V_2/1\,000 - V_1/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$V_2$ ——第二突跃点消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——第一突跃点消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,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);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——氯化物摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M = 35.45$ )。

#### 4.3.6 允许差

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

### 4.4 溴化钠含量的测定

#### 4.4.1 方法提要

试样与亚砷酸钠溶液反应,然后用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定,测出试样中的总溴含量,从总溴中减去电位滴定法测定的溴含量,计算出溴化钠的含量。

#### 4.4.2 试剂和材料

##### 4.4.2.1 乙酸。

##### 4.4.2.2 亚砷酸钠溶液:称取 60 g NaOH 溶于 1 000 mL 去离子水中,然后再加入 60 g $\text{As}_2\text{O}_3$ 使之溶解。

##### 4.4.2.3 硝酸钡溶液:称取 65 g $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 溶于 1 000 mL 去离子水中。

##### 4.4.2.4 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.4.2.5 溴甲酚绿指示液:1 g/L。

#### 4.4.3 分析步骤

称取约 0.2 g 样品,精确至 0.2 mg,于 100 mL 烧杯中缓慢加入 10 mL 亚砷酸钠溶液并放至自动电位滴定仪上搅拌约 5 min,然后加 3~5 滴溴甲酚绿指示液,用乙酸酸化至溶液呈黄绿色(pH 约为 5),再加 10 mL 硝酸钡溶液。用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定。

#### 4.4.4 结果计算

4.4.4.1 二溴海因中总溴含量以质量分数  $w_4$  计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$V$ ——试样消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,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);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=79.90$ )。

4.4.4.2 溴化钠含量以质量分数  $w_5$  计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{(w_4 - w_2)M_1}{M_2} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$w_4$ ——二溴海因中总溴含量的质量分数;

$w_2$ ——二溴海因中溴含量质量分数;

$M_1$ ——溴化钠摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M_1=102.9$ );

$M_2$ ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M_2=79.90$ )。

#### 4.4.5 允许差

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

### 4.5 干燥失重的测定

#### 4.5.1 方法提要

试样在真空干燥箱(表压为-0.090 MPa~-0.095 MPa)中( $60 \pm 2$ )℃下干燥至恒量时所失去的质量。

#### 4.5.2 仪器、设备

##### 4.5.2.1 真空干燥箱。

##### 4.5.2.2 培养皿: $\phi 110$ mm。

#### 4.5.3 实验步骤

将培养皿在真空干燥箱(表压为-0.090 MPa~-0.095 MPa)中( $60 \pm 2$ )℃下干燥至恒量并称取质量为  $m_0$ ,在培养皿中加入试样约 15 g,称取质量为  $m_1$ (称准至 0.2 mg,粒料或片料要研成粉末),然后放在真空干燥箱中( $60 \pm 2$ )℃下烘干 2 h,取出放在干燥器内冷却至室温,称取质量为  $m_2$ 。

#### 4.5.4 结果计算

干燥失重以质量分数  $w_6$  计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$m_1$ ——干燥前培养皿与样品质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——干燥后培养皿与样品质量的数值,单位为克(g);

$m_0$ ——培养皿质量的数值,单位为克(g)。

#### 4.5.5 允许差

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

### 4.6 色度的测定

#### 4.6.1 方法提要

该方法是对被测样品直接进行光谱反射率数值的测定,得到被测样品的色度值。

#### 4.6.2 仪器、设备

##### 4.6.2.1 分光测色仪:应满足如下条件

仪器:45/0。

色标:CIE颜色范围。

照明:F11。

观察:2°。

指数:YID1925。

##### 4.6.2.2 标准色度校正板

#### 4.6.3 测定步骤

##### 4.6.3.1 打开测色仪电源开关,拨动键盘选择菜单进行初始化设置。

##### 4.6.3.2 对仪器依次进行零位校正、白板校正,校正完毕后再读取、确认仪器状态的符合性,进行测量参数设置,选择色空间。

##### 4.6.3.3 放好样品,将测色仪的测量口放于样品上,按下测量按钮,灯闪,测量开始,稍等片刻,仪器显示屏上显示出所测样品的色度值。重复以上步骤即可进行第二次测定。

#### 4.6.4 结果计算

以两次测量的色度值的平均值为最后结果。

### 4.7 铁含量的测定

#### 4.7.1 原理

用盐酸羟胺将试样溶液中的 $\text{Fe}^{3+}$ 还原成 $\text{Fe}^{2+}$ ,在pH为4.5的缓冲溶液体系中, $\text{Fe}^{2+}$ 同1,10-菲啰啉生成橙红色络合物,用分光光度计测定吸光度。

#### 4.7.2 试剂和材料

##### 4.7.2.1 盐酸。

##### 4.7.2.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH $\approx$ 4.5。

##### 4.7.2.3 亚砷酸钠溶液:60 g/L。

称取6 g三氧化二砷溶于100 mL 1.5 mol/L的氢氧化钠溶液中。

##### 4.7.2.4 盐酸羟胺溶液:10 g/L

称取1 g盐酸羟胺,溶于水,用水稀释至100 mL。

##### 4.7.2.5 铁标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

##### 4.7.2.6 铁标准溶液:0.01 mg/mL

准确量取铁标准贮备溶液,用水稀释10倍。该溶液使用前配制。

##### 4.7.2.7 1,10-菲啰啉溶液:2 g/L。

##### 4.7.2.8 对硝基酚溶液:2.5 g/L。

#### 4.7.3 仪器、设备

分光光度计:配有比色皿。

#### 4.7.4 分析步骤

##### 4.7.4.1 校准曲线绘制

移取铁标准溶液0.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL分别置于6个100 mL容量

瓶中,向每个瓶中分别加入 5 mL 盐酸羟胺,10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 5 mL 1,10-菲啰啉指示液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 15 min。以不加铁标准溶液的空白溶液调零,在波长 510 nm 处,选用合适的比色皿,测定各溶液的吸光度。以铁含量为横坐标,与其对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

#### 4.7.4.2 测定

称取约 1 g 样品,精确至 0.2 mg,置于 200 mL 烧杯中。然后依次加入 10 mL 水、20 mL 亚砷酸钠溶液,同时摇动烧杯使样品溶解,再放至电炉上加热煮沸 3 分钟,冷却后加 2~3 滴对硝基酚指示剂,用盐酸中和至黄色消失为止,再过量 1 mL 盐酸,使溶液 pH 约为 2,然后移入 100 mL 容量瓶中,依次加入 5 mL 盐酸羟胺、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液及 5 mL 1,10-菲啰啉溶液,用水稀释至刻度、摇匀,静置 15 min。用适宜的比色皿在波长 510 nm 处,用空白溶液调零,测定溶液的吸光度。同时做空白试验。

#### 4.7.5 结果计算

铁含量以质量分数  $w_i$  计,数值以 % 表示,按式(9)计算:

$$w_i = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$m_1$ ——由校准曲线查得的试样中铁的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

#### 4.7.6 允许差

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

### 5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目,应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定逐批检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

5.3 二溴海因产品每批不超过 8 t。

5.4 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

采样时用采样器插入每袋所装产品高度约 3/4 处取出样品,置瓷盘内经仔细混合均匀后,以四分法缩取试样约 100 g,分装于两个清洁干燥的棕色磨口瓶内,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名,一瓶作检验用,另一瓶密封保存 3 个月备查。

5.5 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。

5.6 检验结果中如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果有一项不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

### 6 标志、包装、运输、贮存

6.1 二溴海因的外包装上应涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、标准编号以及 GB 190 中规定的“腐蚀性物品”和“氧化剂”标志。

6.2 二溴海因采用双层包装,内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm,包装容积应大于外包装;外包装采用聚丙烯塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。外包装也可采用纸板桶或塑料桶。每袋净质量 25 kg、50 kg(或依顾客要求而定)。

包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,外袋用缝包机缝口,缝线应整齐无漏缝。

6.3 二溴海因在运输过程中不得与其他货物混装,应有遮盖物,避免雨淋、受潮;并保持包装完整、标志清晰。

GB/T 23849—2009

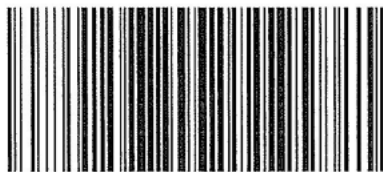
6.4 二溴海因应贮存在干燥、阴凉通风的仓库中,防潮、防曝晒、防止与明火接触。

6.5 二溴海因的贮存期为 18 个月。

## 7 安全要求

二溴海因对皮肤和眼睛有刺激作用和腐蚀作用,操作人员进行作业时,应戴橡胶耐酸碱手套和护眼镜、口罩,避免与皮肤直接接触。

---



GB/T 23849-2009

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066 · 1-38386

定价: 16.00 元

打印日期: 2009年9月2日