

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4068—XXXX
代替 HG/T 4068-2008

工业氢溴酸

Hydrobromic acid for industrial use

(征求意见稿)

20XX - XX - XX 发布

20XX - XX - XX 实施

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。

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技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：。

本标准主要起草人：。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

工业氢溴酸

警告——按GB 12268—2012第8章的规定，本产品属于第8类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业氢溴酸的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于工业氢溴酸。主要用于生产无机溴化物，清除醇盐和酚盐，取代反应中取代羟基，以及与烯烃加成。也可作为矿物提取、高纯金属提炼和某些烷基化反应的催化剂。

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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

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—2012 危险货物物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15603 常用危险化学品贮存通则

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

JT/T 617（所有部分） 危险货物道路运输规则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式：HBr

相对分子质量：80.91（根据2018年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观：本品为无色或淡黄色透明液体，放置易变色。

5.2 工业氢溴酸按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项目	指标			
	规格 1	规格 2	规格 3	规格 4
氢溴酸(HF) w/%	≥ 40	48	58	68
灼烧残渣(以 SO ₄ 计) w/%	≤ 0.005	0.01	0.01	0.01
氯化物(以 Cl 计) w/%	≤ 0.02	0.02	0.02	0.02
游离溴 w/%	≤ 通过试验	通过试验	通过试验	通过试验
碘化物(以 I 计) w/%	≤ 0.005	0.005	0.005	0.005
硫酸盐及亚硫酸盐(以 SO ₄ 计)	≤ 0.002	0.005	0.005	0.005
磷酸盐(以 PO ₄ 计) w/%	≤ 0.0005	0.001	0.001	0.001
砷(As) w/%	≤ 0.00005	0.0001	0.0001	0.0001
重金属(以 Pb 计) w/%	≤ 0.0002	0.0005	0.0005	0.0005
铁(Fe) w/%	≤ 0.0001	0.0002	0.0002	0.0002

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件所用试剂和水，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、试剂及制品，在没有注明其他要求时，均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下用目视法进行判定。

6.3 氢溴酸含量的测定

6.3.1 方法提要

以甲基红为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定样品，根据标准滴定溶液的消耗量，计算出氢溴酸含量。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.2 甲基红指示液：1 g/L。

6.3.3 试验步骤

在 100 mL 具塞锥形瓶中，注入 20 mL 水，称量，加 3 mL 样品，立即盖好瓶塞，放置 30 min，再称量，两次称量均应精确至 0.0001 g。加 2 滴甲基红指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈黄色。

6.3.4 试验数据处理

氢溴酸含量以氢溴酸（HBr）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——氢溴酸（HBr）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=80.91$ ）；

m ——样品的质量的数值，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 0.3 %。

6.4 灼烧残渣的测定

6.4.1 方法提要

样品加热挥发后，在高温下灼烧至质量恒定。

6.4.2 仪器设备

高温炉：温度能控制在 $650^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 。

6.4.3 试验步骤

量取 14 mL (20 g) 样品，置于已在 $650^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 恒量的石英皿中，加入 0.25 mL 硫酸，在沸水浴或电炉上加热（勿使溶液沸腾），直至样品完全挥发或炭化。在电炉上继续加热至硫酸蒸气逸尽。在 $650^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定。

6.4.4 试验数据处理

灼烧残渣含量的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——样品和石英皿的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——残渣和石英皿的质量的数值，单位为克（g）；

m ——样品的质量的数值，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 0.0002 %。

6.5 氯化物含量的测定

6.5.1 方法提要

在硝酸介质中，样品中的氯离子与硝酸银形成悬浊物，根据形成的浊度判定氯化物含量。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 原理

同GB/T 23945—2009第3章。

6.5.2.2 试剂或材料

同GB/T 23945—2009第6章。

6.5.3 试验步骤

量取 0.7 mL (1 g) 样品，置于玻璃皿中，加 25 mL 硝酸溶液（25%），在水浴上加热至溶液无色，用少量水冲洗皿壁，再继续加热 15 min，冷却，稀释至 100 mL。取 5 mL，稀释至 20 mL 后，加 1 mL 硝酸溶液酸化，加 1 mL 硝酸银溶液，稀释至 25 mL，摇匀，放置 10 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 0.01 mg 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。

6.6 游离溴含量的测定

6.6.1 方法提要

样品中加入碘化钾，用正己烷萃取，根据有机相的颜色判断样品中是否存在游离溴。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 正己烷。

6.6.2.2 碘化钾溶液：20 g/L。

6.6.3 试验步骤

量取 10 mL (14 g) 样品，用无氧的水稀释至 100 mL。取 10 mL，加 50 mL 无氧的水，加 0.1 mL 碘化钾溶液（20 g/L）及 1 mL 正己烷，激烈振摇 10 s 后，放置 30 s。有机相不应呈红色。

6.7 碘化物含量的测定

6.7.1 方法提要

样品中加入三氯化铁溶液，用三氯甲烷萃取，根据有机相的颜色判断样品中的碘化物含量。

6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 三氯甲烷。

6.7.2.2 三氯化铁溶液：100 g/L。

6.7.2.3 碘化物标准溶液：。1 mL 溶液含碘（I）0.1 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的碘标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.3 不含碘化物的氢溴酸溶液的制备

量取7.2 L(10 g) 样品，加40 mL水、0.4 mL三氯化铁溶液（100 g/L），摇匀，加10 mL三氯甲烷，放置5 min后，振摇1 min，静置分层，弃去有机相。重复上述操作，直至有机相不呈现紫色为止，分出水相，备用。

6.7.4 试验步骤

量取3.6 mL (5 g) 样品，加20 mL 水、0.2 mL三氯化铁溶液（100 g/L),摇匀，加5 mL三氯甲烷，放置5 min 后，振摇1 min ，静置分层。有机相所呈紫色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取24 mL 不含碘化物的氢溴酸溶液及含0.25 mg的碘化物（I）标准溶液，加5 mL 三氯甲烷，与同体积试液同时同样处理。

6.8 硫酸盐及亚硫酸盐

6.8.1 方法提要

用饱和溴水将样品中亚硫酸根转化为硫酸根，加入钡离子使样品中硫酸根及转化的硫酸根生成稳定的悬浊液，根据形成的浊度，判定其含量。

6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 饱和溴水

6.8.2.2 无水碳酸钠溶液：10 g/L。

6.8.2.3 盐酸溶液：20%。

6.8.2.4 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（SO₄）0.1 mg。用移液管移取 10 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。

6.8.3 试验溶液的制备

量取36 mL(50 g) 样品，滴加饱和溴水（约0.2 mL），使溶液呈稳定的黄色。加1 mL无水碳酸钠溶液（10 g/L），在水浴上蒸发至干。加1 mL水、0.1 mL盐酸溶液（20%），微热溶解残渣，稀释至50 mL。

6.8.4 试验步骤

量取2 mL试验溶液，稀释至20 mL，滴加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0.04 mg的硫酸盐（SO₄）标准溶液，稀释至20 mL，与同体积试液同时同样处理

6.9 磷酸盐含量测定

6.9.1 方法提要

在硝酸介质中，磷酸根与钼酸铵生成磷钼黄，磷钼黄用乙酸丁酯萃取，根据有机相的颜色判断其含量。

6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 乙酸丁酯。

6.9.2.2 硝酸溶液：13%。

6.9.2.3 钼酸铵溶液：100g/L。

6.9.2.4 饱和2,4 - 二硝基酚指示液。

6.9.2.5 磷酸盐标准溶液：1 mL 溶液含磷酸盐（PO₄）0.1 mg。用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2配制的磷酸盐标准溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.9.3 试验步骤

量取2 mL 试验溶液（5.7.1），加5 mL 水及2滴饱和2,4 - 二硝基酚指示液，滴加硝酸溶液（13%）至黄色刚刚消失，稀释至10 mL 后，按GB/T 9727的规定测定。有机相所呈蓝色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含0.01 mg的磷酸盐（PO₄）标准溶液，与试验溶液同时同样处理。

6.10 砷含量测定

6.10.1 二乙基二硫代氨基甲酸银法（仲裁法）

6.10.1.1 方法提要

同GB/T 610-2008的4.2.1。

6.10.1.2 仪器设备

同GB/T 610-2008的4.2.2。

6.10.1.3 试剂或材料

同GB/T 610-2008的4.2.3。

6.10.2 试验步骤

量取1.8 mL(2.5 g) 样品，稀释至40 mL后，按GB/T 610-2008中4.2的规定测定。吸收液所呈紫红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的砷（As）标准溶液，稀释至40 mL，与同体积试液同时同样处理。

规格1：0.001 mg；规格2~规格4：0.0025 mg。

6.10.3 砷斑法

6.10.3.1 方法提要

同GB/T 610-2008的4.1.1。

6.10.3.2 仪器设备

同GB/T 610-2008的4.1.2。

6.10.3.3 试剂或材料

同GB/T 610-2008的4.1.3。

6.10.4 试验步骤

量取3.6 mL(5 g)样品，加10 mL水及1滴酚酞指示液（10 g/L），用氨水溶液（10%）中和，注入磨口锥形瓶中，稀释至70 mL后，按 GB/T 610--2008中4.1的规定测定。溴化汞试纸呈棕黄色不应深于标准比色试纸。

标准比色试纸的制备是取含下列数量的砷（As）标准溶液，稀释至70 mL，与同体积试液同时同样处理。

规格1：0.002 mg；规格2：0.005 mg。

6.11 铁含量的测定

6.11.1 方法提要

同GB/T9739-2006第三章。

6.11.2 仪器设备

同GB/T9739-2006第四章。

6.11.3 试剂或材料

同GB/T9739-2006第五章。

6.11.4 试验步骤

量取10 mL 试验溶液(5.7.1)，稀释至15 mL，用盐酸溶液(15%)将溶液的pH值调至2后，按GB/T9739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下列数量的铁（Fe）标准溶液，稀释至15 mL，与同体积试液同时同样处理。

规格1：0.01 mg；规格2~规格4：0.02 mg。

6.12 重金属含量的测定

6.12.1 方法提要

同GB/T9735-2008第三章。

6.12.2 试剂或材料

同GB/T9735-2008第四章。

6.12.3 试验步骤

量取10 mL 试验溶液(5.7.1), 稀释至20 mL, 用氨水溶液(10%)将溶液的 pH值调至4后, 按 GB/T 9735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含下列数量的铅(Pb)标准溶液, 稀释至20 mL, 与 pH值调至4后的试液同时同样处理。

规格1: 0.02 mg; 规格2~规格4: 0.05 mg。

7 检验规则

7.1 本标准规定的所有项目均为出厂检验项目, 应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料, 基本相同的生产条件, 连续生产或同一班组生产的同一类型、同一级别的工业氢溴酸为一批, 每批产品不超过 500 t。

7.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数, 按 GB/T 6680 的规定进行采样。槽车从上部取样, 采样时将采样器垂直插入槽车 2/3 处进行采样, 采样总量不少于 800 mL。将所采的样品混匀后分装于两个清洁、干燥、具有磨口塞的玻璃瓶中或塑料瓶中, 密封。瓶上粘贴标签, 注明: 生产厂名称、产品名称、规格、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品, 另一份保存备查, 保存时间由生产厂根据实际需要确定。

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

7.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 工业氢溴酸产品包装容器上应有牢固清晰的标志, 内容包括: 生产厂名、厂址、产品名称、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号以及 GB 190—2009 第 3 章中规定的“腐蚀性物质”标志。储罐、专用槽车上应有 GB 190—2009 第 3 章中规定的“腐蚀性物质”标志及危险化学品管理相关要求的标志、标签。

8.2 每批出厂的工业氢溴酸均应附有质量证明书, 内容包括: 生产厂名、厂址、产品名称、规格、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业氢溴酸产品应装在耐酸性物质腐蚀的储罐、专用槽车或包装容器中，包装容器类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定，包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的规定，包装容器质量应符合 III 类包装性能试验。

9.2 工业氢溴酸的运输应符合危险货物运输安全监督管理的相关规定及 JT/T 617（所有部分）的要求。运输过程中应防止曝晒和猛烈撞击。严禁与碱类、易（可）燃物、活性金属粉末同车混运。

9.3 工业氢溴酸的贮存应符合 GB 15603 的规定。
