

Контрольный экз



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

РЕАКТИВЫ

**КИСЛОТА БРОМИСТОВОДОРОДНАЯ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 2062-77

Издание официальное

БЗ 10-96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**Поправка к ГОСТ 2062—77 Реактивы. Кислота бромистоводородная. Технические условия**

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Вводная часть. Второй абзац	Формула НВч	Формула НВг
Раздел 1. Таблица. Графа «Чистый для анализа (ч.д.а)». Для показателя 6	0,0015	0,015

(ИУС № 10 2010 г.)

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****Реактивы****КИСЛОТА БРОМИСТОВОДОРОДНАЯ****ГОСТ****Технические условия****2062-77**Reagents. Hydrobromic acid.  
Specifications

ОКП 26 1231 0010 00

**Дата введения 01.01.79**

Настоящий стандарт распространяется на реагент — бромистоводородную кислоту, которая представляет собой бесцветную или слегка желтоватую жидкость плотностью 1,38 г/см<sup>3</sup> (40 %-ный раствор) и 1,46 г/см<sup>3</sup> (46 %-ный раствор).

Формула НВч.

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 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.

**Издание официальное****Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977  
© ИПК Издательство стандартов, 1997  
Переиздание с Изменениями

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 1231 0012 09	Чистый (ч.) ОКП 26 1231 0011 10
1. Массовая доля бромистоводородной кислоты (HBr), %, не менее	46,0	40,0
2. Массовая доля остатка после прокаливания 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 <sub>4</sub> ), %, не более	0,002	0,005
5. Массовая доля фосфатов (PO <sub>4</sub> ), %, не более	0,0002	0,0020
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0015	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. № 1, 2).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

- 2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.
- 2.2. Массовую долю йодидов, сульфатов, фосфатов, мышьяка и тяжелых металлов изготавитель определяет периодически в одной из десяти партий.

(Введен дополнительно, Изм. № 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 характе-

ристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 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. № 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 с (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1

Бюretка 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. № 2, 3).

3.2.2. *Проведение анализа*

2 см<sup>3</sup> (3 г) препарата быстро помещают в коническую колбу (с притертой пробкой), взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, куда предварительно внесено 15 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> (1 н.) до перехода красной окраски раствора в желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 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/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,08091 — масса бромистоводородной кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм<sup>3</sup>, г;

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

*m* — масса навески препарата, г;

*X<sub>2</sub>* — 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 см<sup>3</sup> (50 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 36 см<sup>3</sup> (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. № 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/см<sup>3</sup> J.

Спирт этиловый ректифицированный 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. № 2, 3).

### 3.4.2. Проведение анализа

8,6 см<sup>3</sup> (12,5 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 9,1 см<sup>3</sup> (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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора бромноватокислого калия, перемешивают и выдерживают 10 мин.

Затем в каждую делительную воронку прибавляют по 0,1 см<sup>3</sup> раствора фенола и перемешивают. Через 2 мин прибавляют по 1,5 см<sup>3</sup> разбавленного раствора бриллиантового зеленого, перемешивают, прибавляют по 10 см<sup>3</sup> 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 волн (610±10) нм или на фотоэлектроколориметре при длине волн (670±10) нм.

(Измененная редакция, Изм. № 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. № 2).

### 3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,37 см<sup>3</sup> (2 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 0,36 см<sup>3</sup> (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 см<sup>3</sup>, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % (ГОСТ 3760) по красной или синей лакмусовой бумаге, доводят объем раствора водой до 25 см<sup>3</sup>. 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. № 2, 3).

### 3.6. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6. При этом 3,4 см<sup>3</sup> (5 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 3,6 см<sup>3</sup> (5 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему пипеткой 6—2—5 (по НТД), помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, разбавляют 5 см<sup>3</sup> воды, нейтрализуют раствором аммиака х.ч. (ГОСТ 3760) в присутствии 1—2 капель раствора *l*-нитрофенола с массовой долей 0,2 %, охлаждают до комнатной температуры, доводят объем раствора водой до 15 см<sup>3</sup> 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 результат анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 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 наждач-

ной бумагой и выдерживают в растворе азотной кислоты до появления пузырьков на поверхности металла. При повторном использовании серебряный электрод сначала помешают 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.

Бюretka 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  $c(AgNO_3) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

### 3.7.2. Проведение анализа

7,2 см<sup>3</sup> (10 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 6,8 см<sup>3</sup> (10 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему цилиндром вместимостью 10 см<sup>3</sup>, помещают в коническую колбу, прибавляют 25 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и 5 см<sup>3</sup> пероксида водорода. Содержимое колбы перемешивают и нагревают на песчаной бане или на электроплитке при температуре около 200 °C до обесцвечивания, поддерживая объем постоянным. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в стакан, прибавляют 50–80 см<sup>3</sup> воды, 2–3 капли раствора сернистокислого натрия и титруют из бюretки раствором азотнокислого серебра, прибавляя его порциями по 0,1 см<sup>3</sup>. После каждой порции титранта носик бюretки 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/дм<sup>3</sup>, израсходованный на суммарное титрование бром-иона и хлор-иона, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование бром-иона (первый скачок потенциала), см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески препарата, г;

0,001773 — масса хлоридов, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра молярной концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

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

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

где  $V_n$  — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, соответствующий точке начала скачка потенциала, см<sup>3</sup>;

$A$  — разность потенциалов после скачка, мВ;

$B$  — разность потенциалов до скачка, мВ;

0,1 — интервал дозировки раствора азотнокислого серебра при титровании, см<sup>3</sup>.

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. № 2, 3).

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 3,4 см<sup>3</sup> (5 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 3,6 см<sup>3</sup> (5 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему пипеткой 6—2—5 (НТД), помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> (10 г) препарата квалификации «чистый для анализа», взятые по объему цилиндром 1(3)—10—2 (ГОСТ 1770), или 3,6 см<sup>3</sup> (5 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему пипеткой 6—2—5 (НТД), помещают в колбу прибора для определения мышьяка, разбавляют 10 см<sup>3</sup> воды, нейтрализуют раствором аммиака х.ч. (ГОСТ 3760) по лакмусовой бумаге, доводят объем раствора водой до 30 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора хлорида олова (II), 5 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия и 5 г цинка.

### 3.8, 3.9. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

### 3.10. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 3,4 см<sup>3</sup> (5 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 3,6 см<sup>3</sup> (5 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему пипеткой 6—2—5 (по НТД), помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> (с меткой на 20 см<sup>3</sup>), растворяют в 10 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1 см<sup>3</sup> 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 тио-ацетамидным 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 результат анализа вводят поправку.

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

#### 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: Зт-1; Зт-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.

(Измененная редакция, Изм. № 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. № 2).

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

(Измененная редакция, Изм. № 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<sup>3</sup>. Бромистый водород относится к веществам 3-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

(Измененная редакция, Изм. № 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 азотно-кислым серебром.

6.5, 6.6. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

## ИСО 6353-3-87

## Реактивы для химического анализа. Технические условия.

## Вторая серия

## Р.66 БРОМИСТО-ВОДОРОДНАЯ КИСЛОТА

Относительная молекулярная масса	— 80,92
Р.66.1 Техническое описание	
Массовая доля бромисто-водородной 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 <sub>4</sub> ), %, не более	0,0005
Массовая доля суммы сульфатов и сульфитов (в виде SO <sub>4</sub> ), %, 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 прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,005

П р и м е ч а н и е. Бромисто-водородная кислота с массовой долей 40 и 50 % также выпускаются промышленностью.

## Р.66.2. Приготовление испытуемого раствора

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

## Р.66.3. Проведение анализа

## Р.66.3.1. Определение массовой доли бромисто-водородной кислоты

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

1,00 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия с (NaOH) = 1,000 моль/дм<sup>3</sup>, соответствует 0,08092 г HBr.

**P.66.3.2. Определение массовой доли хлоридов**

Помещают 1 г (0,68 см<sup>3</sup>) образца в круглодонную колбу, содержащую небольшие стеклянные гранулы и смесь из 35 см<sup>3</sup> воды и 15 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. После охлаждения раствор разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

К 20 см<sup>3</sup> полученного раствора добавляют 1 см<sup>3</sup> титрованного раствора нитрата серебра, с (AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Сравнивают помутнение полученного раствора с помутнением титрованного раствора, приготовленного таким же образом, используя 3 см<sup>3</sup> хлоридного раствора сравнения I (3 см<sup>3</sup> = 0,03 % 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<sup>3</sup> и перемешивают.

**P.66.3.3. Определение массовой доли йодидов**

4 г (2,7 см<sup>3</sup>) образца разбавляют 20 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 0,2 см<sup>3</sup> раствора хлорида железа (III) и 5 см<sup>3</sup> хлороформа. Полученный раствор оставляют на 5 мин, а затем встряхивают в течение 1 мин.

Хлороформенный слой не должен иметь намека на фиолетовую окраску.

**P.66.3.4. Определение массовой доли фосфатов**

Берут 5 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (P.66.2), разбавляют водой до 20 см<sup>3</sup> и проводят анализ по ОМ 4\*.

Готовят контрольный раствор, используя 2,5 см<sup>3</sup> фосфатного раствора сравнения II (2,5 см<sup>3</sup> = 0,0005 % PO<sub>4</sub>). 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 K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**P.66.3.5. Определение массовой доли суммы сульфатов и сульфитов**

Берут 5 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (P.66.2), разбавляют водой до 20 см<sup>3</sup> и далее проводят анализ по ОМ 3\*\*.

Готовят контрольный раствор, используя 1,5 см<sup>3</sup> сульфатного раствора сравнения I (1 см<sup>3</sup> = 0,002 % SO<sub>4</sub>). 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 K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**P.66.3.6. Определение массовой доли мышьяка**

1 г (0,68 см<sup>3</sup>) образца разбавляют водой до 40 см<sup>3</sup> и проводят анализ по ОМ 11\*\*.

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

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

Готовят контрольный раствор, используя 2 см<sup>3</sup> мышьяксодержащего раствора сравнения III (2 см<sup>3</sup> = 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 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> растворяют в 3 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия с массовой долей 27 %, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

*Р.66.3.7. Определение массовой доли тяжелых металлов*

Берут 4 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (Р.66.2), разбавляют водой до 20 см<sup>3</sup> и проводят анализ по ОМ 7\*.

Готовят контрольный раствор сравнения, используя 2 см<sup>3</sup> свинецсодержащего раствора сравнения II (2 см<sup>3</sup> = 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(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> растворяют в воде, добавляют 1 см<sup>3</sup> HNO<sub>3</sub>, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

*Р.66.3.8. Определение массовой доли железа*

Берут 10 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (Р.66.2) и далее анализ проводят по ГОСТ 10555 фенантролиновым методом.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см<sup>3</sup> железного раствора сравнения II (2 см<sup>3</sup> = 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 NH<sub>4</sub>Fe (SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12 H<sub>2</sub>O растворяют в 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

*Р.66.3.9. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов*

Анализ проводят по ОМ 17\* из навески 40 г (27 см<sup>3</sup>). Масса остатка не должна превышать 2 мг.

---

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

**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 см<sup>3</sup> раствора молибдата аммония с массовой долей 10 %. Доводят pH раствора до 1,8 и нагревают раствор до кипения. Охлаждают, добавляют 12,5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и экстрагируют 20 см<sup>3</sup> диэтилового эфира. Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и восстанавливают молибденофосфатный комплекс 0,2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора сернокислого калия с массовой долей 0,02 % в этиловом спирте с объемной долей 30 % с 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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)**

Прибавляют 0,2 см<sup>3</sup> 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 прокаливания 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 экскаваторе и взвешенную с точностью до 0,1 мг. Прибавляют 0,25 см<sup>3</sup> 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

дымка, затем нагревают в печи, отрегулированной на  $(650\pm50)$  °С в течение 15 мин (если не оговорено иначе), охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

П р и м е ч а н и е. Если навеска велика, может оказаться более удобным обугливать большие навески несколькими последовательными партиями после прибавления 0,5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты ко всей навеске.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. (Введены дополнительно, Изм. № 3).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

## РАЗРАБОТЧИКИ

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

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.12.77 года № 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

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 10929-76	3.7.1
ГОСТ 14192-77	4.1а
ГОСТ 17319-76	3.10
ГОСТ 18300-87	3.4.1
ГОСТ 19433-88	4.1а
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	3.1а
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 № 1, 2, 3, утвержденными в июле 1983 г., ноябре 1987 г., феврале 1993 г. (ИУС 10-83, 2-88, 8-93)

Редактор *М.И. Максимова*  
 Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
 Корректор *В.И. Варенцова*  
 Компьютерная верстка *А.С. Юфина*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 04.06.97. Подписано в печать 01.07.97  
 Усл.печл. 1,16. Уч.-издл. 1,05. Тираж 155 экз С 648. Зак. 468.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
 Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
 Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"  
 Москва, Лялин пер., 6  
 Плр № 080102

**Поправка к ГОСТ 2062—77 Реактивы. Кислота бромистоводородная. Технические условия**

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Вводная часть. Второй абзац	Формула НВч	Формула НВг
Раздел 1. Таблица. Графа «Чистый для анализа (ч.д.а)». Для показателя 6	0,0015	0,015

(ИУС № 10 2010 г.)