

# 山东省盐业协会文件

鲁盐协〔2024〕21号

---

## 关于《食盐原料卤水质量标准》 《工业溴》团体标准征求意见的通知

各有关会员企业：

由协会团标委提出、经协会立项的《食盐原料卤水质量标准》《工业溴》两个团体标准起草工作已经完成，为确保标准的开放性、科学性、先进性及可操作性，根据《山东省盐业协会团体标准管理办法》（试行）相关规定，现公开征求意见，请各有关单位高度重视、认真研究，并将团体标准（征求意见稿）意见反馈表于12月30日前报协会秘书处。

邮箱：[sdsyyxh@126.com](mailto:sdsyyxh@126.com)。

联系人：柴子华（省盐业协会） 电话：18653190176

附件 1：

《食用盐原料卤水质量标准》团体标准编制说明  
《食用盐原料卤水质量标准》团体标准  
《食用盐原料卤水质量标准》团体标准（征求意见稿）意见反馈表

附件 2:

《工业溴》团体标准编制说明  
《工业溴》团体标准  
《工业溴》团体标准（征求意见稿）意见反馈表



附件 1:

## 《食盐原料卤水质量标准》团体标准编制说明 (征求意见稿)

### 一、任务来源

根据山东省盐业协会 2024 年团体标准工作计划，在 2024 年完成《食盐原料卤水质量标准》团体标准的制定工作。本标准是由山东省盐业协会提出并归口。标准由山东省海洋化工科学研究院、山东鲁盐集团有限公司、山东莱央子盐场有限公司、山东寒亭第一盐场有限公司、山东泓健盐业有限公司、山东省广饶明华盐化有限责任公司、威海市高岛南海盐业有限公司共七家单位共同起草。

### 二、目的、意义及必要性

食盐是日常生活必需品，关系人民群众身体健康，保障食盐质量安全供应是重要的民生工程。我国是世界上开发海盐最早的国家，海盐生产，一般采用日晒法，也叫“滩晒法”，通过纳潮扬水或提取地下卤水灌池，经过日照蒸发制取原盐。山东省是全国的海盐生产大省，既有海水制盐，又有地下卤水制盐，日晒法生产原盐，其工艺流程一般分为纳潮或打井取水、制卤、结晶、收盐四大工序。从生产工艺分析，食盐原料的污染主要在于制盐卤水的质量，为了保证食盐原料卤水质量，参照一类海水质量技术指标要求，制定食盐原料卤水质量标准，确定卤水技术控制指标，保证食盐质量安全，是本次制定标准的目的、意义所在。制定该项标准，对规范食盐质量，推动食盐行业发展、提高经济效益具有重要意义。

### 三、编制过程

1、山东省盐业协会团体标准化委员会牵头，成立标准制修订工作组，工作组组长有团标委员会主任担任，成员有团标委员会成员和主要食盐生产企业质量负责人组成。组长负责制定标准起草计划，并组织实施。

#### 2、收集国内外标准及相关资料

工作组查询和检索与食品加工海盐相关的国际、国内外相关标准情况，收集相关技术文献和资料。

#### 3、起草标准制定的初稿

工作组讨论了标准的基本框架和内容，参照相关国家标准、行业标准和地方标准起草了本标准的初步草稿。

#### 4、征询意见和建议，并修改标准初稿。

工作组向相关单位和企业征求意见。根据征求意见确定标准制定的意义、范围以及质量技术指标、检测方法等内容。

#### 5、起草单位

本文件主要起草单位：山东省海洋化工科学研究院、山东鲁盐集团有限公司

本文件参与起草单位：山东莱央子盐场有限公司、山东寒亭第一盐场有限公司、山东泓健盐业有限公司、山东省广饶明华盐化有限责任公司、威海市高岛南海盐业有限公司。

### 四、标准编制原则

本文件的制定依据海盐的生产工艺，参照海水一类技术指标要求，参照食品安全国家标准《食品污染物限量》、《食品安全国家标准 食用盐》的规定，充分考虑国内相关的法规、标准要求，结合省内食盐生产企业的实际情况，以确保标准的科学性、先进性、可操作性。

1、简明阐述主要内容（如技术指标、参数、性能要求、试验方法、检验规则等）的论据、解决的主要问题以及修订标准的差异。

2、本文件依据 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》编制。

### 五、主要条款说明

食盐原料卤水质量标准团体标准包括范围、规范性引用文件、术语和定义、技术要求、检验方法、检验规则、判定规则。

#### 1、范围

本文件规定了食盐原料卤水质量标准的 requirements、试验方法、检验规则、判定规则。

本文件适用于以海水或渤海湾地下卤水用于生产食盐原料的卤水。

#### 2、规范性引用文件

说明了在本标准制定中引用的标准和其他参考文件。凡是注日期的引用文件，以该具体日期文件为准，凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

#### 3、术语和定义

食盐原料卤水：食盐原料卤水是指天然地下卤水或海水。

#### 4、技术要求

参照国家相关食品安全标准及法律法规的要求，确定了标准的指标项目及相应的技术参数。其中亚硝酸盐、氰化物、总有机碳、铅、总砷、总汞、镉是关键指标，必须严格控制。指标项目及参数见附表

#### 5、检验方法

本文件中规定的技术指标检测方法全部按照相关检测方法和引用标准中规定的检测方法，完全能够满足本文件中技术指标检测要求。

#### 6、检验规则

本文件参照地表水环境监测技术规范（HJ 91.2—2022）和液体盐（QB/T1879-2020）标准中的采样方法，确定该标准中的采样方法和频次。

#### 六、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

#### 七、与国际、国外对比情况

本标准制定过程中未查询到类似国际、国外先进标准。

本标准制定过程中未查询到类似相关国家强制性标准。

#### 八、在标准体系中的位置，与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准首次制定，不违反现行法律法规、强制性标准以及其他上级标准，与盐业标准体系是协调配套的。与体系中其它标准协调一致，不存在标准冲突和矛盾问题，更是对盐业标准体系中产品进行完善和补充。

#### 九、对贯彻该标准的要求和措施的建议

团体会员单位积极采用本标准，加强该标准的实施，严把质量关，使产品符合该标准的要求；监督部门加强这方面的监督检查。共同将标准实施好，将产品质量提高。

#### 十、对标准主要内容的解释和其他说明事项

无

#### 十一、主要参考资料

GB 3907 中华人民共和国国家标准 海水水质标准

GB/T 5750.4-2023 生活饮用水标准检验方法 第4部分\_感官性状和物理指标

GB/T 6920 水质 PH值的测定 玻璃电极法

GB/T 7475 水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法

GB/T 11901 水质 悬浮物的测定 重量法

HJ 484 水质 氰化物的测定 容量法和分光光度法  
HJ 501 水质 总有机碳的测定 燃烧氧化—非分散红外吸收法  
HJ 694 水质 汞、砷、硒、铋和锑的测定 原子荧光法  
QB/T 4446 制盐工业通用检测方法 亚硝酸盐的测定

# 食盐原料卤水质量标准

山东省盐业协会

## 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。

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。

本文件由山东省盐业协会提出并归口。

本文件起草单位：山东省海洋化工科学研究院、山东鲁盐集团有限公司、山东莱央子盐场有限公司、山东寒亭第一盐场有限公司、山东泓健盐业有限公司、山东省广饶明华盐化有限责任公司、威海市南海高岛制盐有限公司。

本文件主要起草人：张栋、马西忠、张树刚、马硕、孙鹏、范鹏治、陈保平、孙娟、孙鹏。



# 食盐原料卤水质量标准

## 1 范围

本文件规定了食盐原料卤水质量标准的技术要求、检验方法、检验规则、判定规则、标签、运输、贮存和产品召回。

本文件适用于食盐原料卤水质量标准。

## 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（包括所有修改单）适用于本文件。

GB 3907 中华人民共和国国家标准 海水水质标准

GB/T 5750.4-2023 生活饮用水标准检验方法 第4部分\_感官性状和物理指标

GB/T 6920 水质 PH值的测定 玻璃电极法

GB/T 7475 水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法

GB/T 11901 水质 悬浮物的测定 重量法

HJ 484 水质 氰化物的测定 容量法和分光光度法

HJ 501 水质 总有机碳的测定 燃烧氧化—非分散红外吸收法

HJ 694 水质 汞、砷、硒、铋和锑的测定 原子荧光法

QB/T 4446 制盐工业通用检测方法 亚硝酸盐的测定

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 食盐原料卤水

食盐原料卤水是指天然地下卤水或海水。

## 4 技术要求

食盐原料卤水质量标准要求符合表 1 规定。

表 1 食盐原料卤水质量标准

项 目	质量标准
色度（铂钴色度），度	≤ 20
臭、味	无异臭、异味
悬浮物，mg/L	≤ 10.0

pH		6.5-9.0
亚硝酸盐（以NaNO <sub>2</sub> 计），mg/L	≤	2.0
氰化物，mg/L	≤	0.05
总有机碳，mg/L	≤	30
铅（以pb计），mg/L	≤	1.0
总汞（以Hg计），mg/L	≤	0.1
镉（以Cd计），mg/L	≤	0.5
总砷（以As计），mg/L	≤	0.5

## 5 检验方法

### 5.1 色度

按GB/T 5750.4-2023中4.1的规定进行。

### 5.2 臭、味

按GB/T 5750.4-2023中6.1的规定进行。

### 5.3 悬浮物

按GB/T 11901 的规定进行。

### 5.4 pH

按GB/T 6920 的规定进行。

### 5.5 亚硝酸盐

按QB/T 4446中 的规定进行，取样量为10mL。

### 5.6 氰化物

按HJ 484 的规定进行。

### 5.7 总有机碳

按HJ 501 的规定进行。

### 5.8 铅

按GB/T 7475 的规定进行。

### 5.9 总砷

按HJ 694 的规定进行。

### 5.10 镉

按 GB/T 7475 的规定进行。

## 5.11 总汞

按HJ 694 的规定进行

## 6 检验规则

### 采样

#### 6.1.1 采样点的确定

在海水或卤水存放库取样,当水深 $\leq 5$ 米时,采样点设置一点(水面下 0.5 m 处,水深不足 1 m 时,在 1/2 水深 处设置采样点);当水深 $> 5$ 米且水深 $\leq 10$ 米时,采样点设置二点(水面下 0.5 m,水底上 0.5 m);当水深 $> 10$ 米时,采样点设置三点(水面下 0.5 m,中层 1/2 水深处,水底上 0.5 m)。

#### 6.1.2 采样

使用一般采样器进行取样,将采水器下沉至指定深度,分三次取样,每次1L,将三次样品混合均匀,分装在500ml样品瓶中,用于检测分析。注意:采样时不可搅动水底的沉积物。

### 检验批次

每半年进行一次全项检验,必要时增加检验频次。

## 7 判定规则

检验项目全部符合本文件要求,判该批产品合格。检验项目有一项或一项以上不符合本文件要求,在同期卤水中加倍抽样,对不符合项进行复检,以复检结果为准,复检后仍不符合本文件要求,判该批产品不合格。

# 《食盐原料卤水质量标准》团体标准（征求意见稿）

## 意见反馈表

标准名称：

姓名		职称		电话	
单位		E-mail		邮编	
通信地址					
章条号	修改建议		理由		

注:单位意见请加盖单位公章（纸幅不够，请附页）

附件 2:

# 《工业溴》团体标准编制说明

## (征求意见稿)

### 一、任务来源

根据山东省盐业协会 2024 年团体标准工作计划, 在 2024 年完成《工业溴》团体标准的制定工作。本标准是由山东省盐业协会提出并归口。标准由山东省海洋化工科学研究院、山东海化股份有限公司溴素厂、山东海王化工股份有限公司、莱州诚源盐化有限公司、山东大地盐化有限公司、山东金盛海洋盐化有限公司、山东莱央子盐场有限公司、山东昌邑市灶户盐化有限公司、寿光卫东化工有限公司共十家单位共同起草。

### 二、目的、意义及必要性

溴是唯一在室温下呈现液态的非金属元素, 是一种深棕红色重质液体, 在空气中极易挥发, 有强烈刺激性气味, 其烟雾能强烈地刺激眼睛和呼吸道, 熔点 $-7.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 沸点 $58.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。溴的性质非常活泼, 是一种强氧化剂, 它会和金属和大部分有机化合物产生激烈的反应, 若有水参与则反应更加剧烈, 溴的活性小于氯但大于碘。溴和金属反应会产生金属溴盐及次溴酸盐, 和有机化合物则可能产生磷光或萤光化合物。溴对大多数金属和有机物组织均有侵蚀作用, 甚至包括铂和钯。与铝、钾等作用发生燃烧和爆炸。溴可溶于水, 易溶于乙醇、乙醚、氯仿、二硫化碳、四氯化碳、浓盐酸和溴化物水溶液等。

溴是重要的精细化工基础原料, 溴系精细化工中间体通过深加工可得到多种系列下游产品, 如溴系阻燃剂、溴代烃、溴代醚、溴代胺、溴代酚、溴代酸等。溴系精细化学品及其深加工系列产品技术含量高, 附加值高, 可广泛应用于阻燃、医药、农药、染料、感光、橡胶等多个领域, 在国民经济和国防中发挥着重要作用。近几年我国溴素年产量平均在 12 万吨左右, 主要分布在山东、河北、天津、辽宁、江苏等地。

提高国内工业溴产品的生产、质量控制、质量检验的通用性和适用性, 增强工业溴国际市场竞争力, 防止贸易壁垒、促进技术合作、规范市场秩序是本次制定标准的目的、意义所在。制定该项标准, 对工业溴的相关指标和试验方法进行标准化, 规范产品质量, 以促进本行业及相关行业的良性发展。对我国溴素产品的质量监管和在相关行业的安全使用具有十分重要的作用。该项目符合国家产业发展政策, 对推动行业发展、提高经济社会效益具有重要意义。

### 三、编制过程

#### 1 制定标准调研阶段

根据通知的要求, 标准起草小组广泛征集各相关单位意见, 查阅了我国目前溴素及溴化物产品对工业溴的产品质量要求、工业溴的生产工艺及品质控制等相关资料, 并向相关单位发函, 了解对工业溴的生产、使用情况, 结合现行有效的《工业溴》行业标准(QB/T 2021-2022)。在前期调研的基础上, 提出《工业溴》团体标准的草案。

#### 2 制定标准工作方案阶段

2024 年 4 月山东省盐业协会组织相关人员在济南召开团体标准计划会议, 发布了《工业溴》团体标准制定工作计划, 并确定了起草小组。标准起草工作小组提出了工作方案及工作进度。

### 3 制定标准起草阶段

工作方案会后，标准起草单位及有关单位根据工作方案会议纪要的安排，开展验证试验工作。2024年9月标准归口单位汇总了资料，并对资料及相关试验验证结果进行了分析，确定了《工业溴》团体标准主要内容和技术指标。在此基础上提出标准征求意见稿。

### 四、标准编制原则

本标准的制定参照国内外溴素生产、使用的相关资料，同时参考国内工业溴使用企业的相关要求，引进标准制定、产品检测方面的先进理念，充分考虑国内相关的法规、标准要求，结合国内企业的实际情况，以确保标准的科学性、先进性、可操作性。

1. 标准要具有科学性、先进性和可操作性；科学性是指新标准的指标值确定应有充分依据，新标准有利于新产品开发，有利产品质量的提高；先进性是指新标准要尽可能采用国际标准或发达国家标准；可操作性是指新标准不能脱离我国国情，有90%企业能做到，10%企业需要经过努力才能做到。

2. 与相关标准法规协调一致；与现有的相关标准，包括产品标准和检验方法以及安全生产法、产品质量法等相关法规要相一致。

3. 促进行业健康发展与技术进步。在溴素生产企业实施工业溴团体标准，是我国溴素行业以及使用单位品质控制与管理工作的重大举措，是从对最终产品的被动监督转向对整个生产过程实施主动监督的标志。

### 五、主要条款的说明

工业溴团体标准包括范围、规范性引用文件、要求、试验方法以及检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

#### 1、范围

本标准规定了工业溴的技术要求、试验方法、检验规则、判定规则和标志、包装、运输与贮存。

本标准适用于从地下卤水、海水和盐化工综合利用后的母液中，以氯取代法制得的工业溴。

#### 2、规范性引用文件

说明了在本标准制定中引用的标准和其他参考文件。凡是注日期的引用文件，以该具体日期文件为准，凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

#### 3、术语和定义

本文件没有术语和定义。

#### 4、技术要求

针对工业溴生产技术的特点，确定了标准的指标项目及相应的技术参数。其中溴含量、氯含量、碘含量、挥发物含量、密度是关键指标，必须严格控制。

##### (1) 指标项目及参数的确定（指标项目及参数见附表）

##### 1) 产品的主要成分

本标准是针对溴素优级产品而确定的指标，因此对溴含量有较高的要求。从目前相关企业的实际生产情况出发，溴含量确定为不小于99.7%。

##### 2) 关键指标

由于溴素生产工艺的因素，产品的生产过程需要使用氯气来处理富含溴的卤水来制备溴，空气吹出法是工业上制备溴的主要方法。

通入氯气氧化，同时进行蒸馏，溴素被蒸出，冷凝制得粗溴，除氯提纯后制得工业溴。因此，要保证溴纯度达到 99.7%，控制产品中氯含量是关键点。通过对相关企业的了解，目前将游离氯控制在 0.02% 以下是可以做到的，并可以满足溴素的产品质量要求。

为了保证溴素产品的纯度，优化生产过程中对质量的控制，提高检验工作效率，增加密度的技术指标，更有效的保证产品的质量。

#### 5、检验方法

本标准中规定的溴含量、碘含量测定方法利用这两种元素具有氧化-还原的特性而确定；氯含量测定方法利用该元素具有强氧化特性而确定；硫酸盐及重金属的测定是利用其与钡离子及硫离子生成难溶物的特点，采用限量比浊（比色）的方法进行测定；蒸发残渣含量的测定是结合溴素的特点，采用加热升华的方法进行测定；有机溴化化合物的测定是利用其该物质不溶于水的特点，采用目视观察方法进行判定。

标准中规定的测定方法基本与化学试剂级的溴素标准一致，完全能够满足产品检测要求。

#### 6、检验规则

本部分规定了产品检验方法，产品批量、样品的采样、留样及合格产品的判定要求。

#### 7、判定规则

本部分规定了产品检验判定规则要求。

#### 8、标签

#### 9、包装

#### 10、运输

#### 11、贮存

由于产品列入了 GB12268-2012《危险货物物品名表》，属于危险化学品。因此，其标志、标签及包装、运输、贮存的要求均应符合危险化学品的相关规定。

### 六、标准属性

根据我国对标准属性的划分原则，本标准为您推荐性标准。

### 七、标准水平分析

本标准适应目前国内实际生产及使用的要求，标准的指标项目设置、技术要求及试验方法方面均能满足使用的要求。试验方法方面，采用化学试剂级溴标准中规定分析法，这些方法可操作性强，结果准确可靠。促进了环境保护及保障了分析人员的健康安全。综合分析，本标准在各项指标项目设置方面适应了目前国内企业的使用要求，保证了产品的分析方法准确、适用，总体水平达到国内先进水平。

附表 1 标准指标对比

标准		指 标			
项 目	本标准	GB T 1281-2011 《化学试剂 溴》			
		优级纯	分析纯	化学纯	
溴 w/%	$\geq$	99.7	99.5	99.5	99.0
氯 w/%	$\leq$	0.02	0.01	0.02	0.05
碘 w/%	$\leq$	0.001	0.001	0.001	0.005
蒸发残渣 w%	$\leq$	0.005	0.005	0.005	0.01
密度 (20 °C) g/mL	$\geq$	3.10	---	---	---
有机溴化合物 w%	$\leq$	通过试验	通过试验		

附表 2 标准方法对比

项 目	本标准	GB T 1281-2011 《化学试剂 溴》
溴	氧化-还原滴定法	氧化-还原滴定法
氯	氧化滴定法	氯化银比浊法
碘	氧化-还原滴定法	氧化-还原比色法
蒸发残渣	重量法	重量法
密度 (20 °C)	GB/T 611-2006 第 4.2 (密度瓶法)	---
有机溴化合物	目视法	目视法



# 工 业 溴

山东省盐业协会

## 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。

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。

本文件由山东省盐业协会提出并归口。

本文件起草单位：山东省海洋化工科学研究院、山东海化股份有限公司溴素厂、山东海王化工股份有限公司、莱州诚源盐化有限公司、山东大地盐化有限公司、山东金盛海洋盐化有限公司、山东莱央子盐场有限公司、山东昌邑市灶户盐化有限公司、寿光卫东化工有限公司。

本文件主要起草人：马西忠、丁忠锋、王彬、邱立君、孙彤江、崔金城、李迎堂、张大腾、杨伟、刘辉、徐少华、孙鹏。

# 工业溴

**警示——按GB 12268—2012第6章的规定，本产品主要危险类别为第8类腐蚀性物质，次要危险类别为第6类6.1项毒性物质，具有强腐蚀性和毒性，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

本文件规定了工业溴的技术要求、检验方法、检验规则、判定规则、标签、包装、运输与贮存。

本文件适用于工业溴，主要用作生产溴化物，也用于医药、农药、染料、灭火剂、氧化剂、乙烯和重碳氢化合物的吸收剂及有机合成的溴化剂。

## 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 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 611-2021 化学试剂 密度测定通用方法

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 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和判定

GB 12268 危险物品名表

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 617.1 危险货物道路运输规则 第1部分：通则

JT/T 617.2 危险货物道路运输规则 第2部分：分类

JT/T 617.3 危险货物道路运输规则 第3部分：品名及运输要求索引

JT/T 617.4 危险货物道路运输规则 第4部分：运输包装使用要求

- JT/T 617.5 危险货物道路运输规则 第5部分：托运要求  
 JT/T 617.6 危险货物道路运输规则 第6部分：装卸条件及作业要求  
 JT/T 617.7 危险货物道路运输规则 第7部分：运输条件及作业要求

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 技术要求

#### 4.1 感官指标：

本产品为暗红褐色挥发性液体，具强烈的刺激性气味。

#### 4.2 理化指标

理化指标应符合表 1 的规定。

表 1 理化指标

项 目	指 标
溴 g/100g $\geq$	99.7
氯 g/100g $\leq$	0.02
碘 g/100g $\leq$	0.001
蒸发残渣, g/100g $\leq$	0.005
有机溴化合物	通过试验
密度 (20 °C), g/mL $\geq$	3.10

### 5 检验方法

#### 5.1 一般规定

本标准所用试剂和水，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。试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3之规定制备。

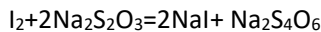
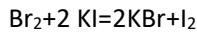
#### 5.2 感官指标

在自然光下用目视法判别。

## 5.3 溴

### 5.3.1 原理

溴与过量的碘化钾进行反应生成溴化钾和碘，生成的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，得到溴含量。其主要反应式为：



### 5.3.2 试剂或材料

5.3.2.1 碘化钾。

5.3.2.2 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.3 淀粉指示液：10 g/L。

### 5.3.3 试验步骤

取外壁干燥洁净的 50mL 容量瓶，加入 385g/L 碘化钾溶液 15mL，待至室温准确称取其质量，称准至 0.1mg，用刻度吸管吸取数滴（约 0.7g-0.8g）溴样，放入容量瓶中，立即盖上瓶塞摇匀，在暗处放置 30-40min，待溶液达到室温再准确称量，加水稀释至刻度，充分摇匀。吸取 10.00mL 于 250ml 碘量瓶中，用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色，加 3 mL 淀粉指示液，继续用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液蓝色消失。

#### 5.3.3.1 试验数据处理

溴含量以溴（ $\text{Br}_2$ ）的质量分数  $w_{\text{Br}_2}$  计，按公式（1）计算：

$$Br_2 = \frac{V_1 \times c \times 79.90}{w \times 100} \times 100 - 2.254A \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V_1$  —— 试验中消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$C$  —— 硫代硫酸钠溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

79.90 —— 溴的摩尔质量，g/mol

$W$  —— 移取样品的质量，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 0.1%。

## 5.4 氯

### 5.4.1 原理

用硝酸介质中，用过氧化氢将氯转化为氯化物，溴经加热逸出分离。二苯偶氮碳酰肼为指示剂，硝酸汞标准溶液滴定，计算氯含量。

### 5.4.2 试剂或材料

5.4.2.1 硝酸溶液：46%

5.4.2.2 硝酸溶液：0.23%

5.4.2.3 氢氧化钠溶液：5mol/L

- 5.4.2.4 过氧化氢溶液：15%
- 5.4.2.5 二苯偶氮碳酰肼指示液：5 g/L。
- 5.4.2.6 溴酚蓝指示液：0.5 g/L。
- 5.4.2.7 氯化钠标准液：0.02mol/L
- 5.4.2.8 硝酸汞标准溶液：0.02mol/L

### 5.4.3 试验步骤

取100ml三角瓶，加入46%硝酸5mL，15%过氧化氢溶液5mL，吸取2.0mL溴样，充分摇荡30s，在通风柜内于沸水浴上，蒸汽加热使溴完全逸出，至溶液完全无色后，取下，冷却。加入0.5g/L溴酚蓝指示液3-4滴，滴加5mol/L氢氧化钠至溶液刚呈现蓝色，用水冲洗瓶壁，待溶液冷却后滴加0.23%硝酸至蓝色消失，再过量0.5mL，溶液呈淡黄色，加入二苯偶氮碳酰肼指示液10滴，用硝酸汞标准溶液滴定至溶液呈蓝紫色。同时做空白试验，测定空白值。

#### 5.4.3.1 试验数据处理

氯 (Cl<sub>2</sub>)含量按公式 (2) 计算：

$$Cl_2 = \frac{(V_1 - V_2) cM}{W \cdot 1000} \times 100\% \dots\dots\dots$$

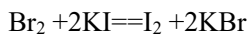
..... (2)

- V<sub>1</sub> —— 试验中消耗的硝酸汞溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- V<sub>2</sub> —— 空白试验中消耗的硝酸汞溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- C —— 硝酸汞溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；
- M —— 氯的摩尔质量 35.45, g/mol
- W —— 移取样品的质量, g

## 5.5 碘

### 5.5.1 原理

碘离子 (I<sup>-</sup>) 与溴 (Br<sub>2</sub>) 反应生成碘 (I<sub>2</sub>)，在酸性介质生成黄色，可用于碘含量的测定。其主要反应式为：



### 5.5.2 试剂或材料

- 5.5.2.1 氯化钾溶液：100g/L。
- 5.5.2.2 碘化钾溶液：100 g/L。
- 5.5.2.3 硫酸溶液：20%。
- 5.5.2.4 碘标准溶液：1 mL 溶液含碘 (I) 0.1 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的碘化物 (以 I 计) 标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

### 5.5.3 试验步骤

#### 5.5.3.1 试验溶液的制备

在100 mL烧杯中加入约40 mL水，用移液管移入3.4 mL（约10.5 g）样品，加1 mL氯化钾溶液。加热煮沸至溶液无色，随时补充水保持原有体积，继续煮沸2 min，冷却。全部转移至50 mL比色管中。

### 5.5.3.2 试验

在试验溶液中加入5 mL碘化钾溶液、5 mL硫酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。所呈颜色与标准比色溶液比较。

标准比色溶液是移液管移取0.16 mL（约0.5 g）样品及1 mL碘标准溶液，置于50 mL比色管中，加水至约40 mL。与同体积的试验溶液同时同样处理。

溶液，置于25 mL比色管中，加的水至约15 mL，与同体积的试验溶液同时同样处理。

## 5.6 蒸发残渣

### 5.6.1 仪器设备

5.6.1.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C ± 2 °C。

5.6.1.2 瓷蒸发皿：100 mL。

### 5.6.2 试验步骤

用移液管移取10 mL样品。置于预先于105 °C ± 2 °C干燥至质量恒定的瓷蒸发皿中，在约80 °C的水浴上蒸发至干。然后将瓷蒸发皿于105 °C ± 2 °C下干燥至质量恒定。

### 5.6.3 试验数据处理

蒸发残渣含量的质量分数 $w_2$ ，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{V \cdot \rho} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_1$ ——干燥至质量恒定后残渣和瓷蒸发皿的质量的数值，单位为克（g）；

$m_0$ ——干燥至质量恒定后瓷蒸发皿的质量的数值，单位为克（g）；

$V$ ——移取样品的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$\rho$ ——移取样品的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）。

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0.0005 %。

## 5.7 有机溴化合物

### 5.7.1 试剂或材料

氢氧化钠溶液：80 g/L。

### 5.7.2 试验步骤

用移液管移取1 mL（约3.1 g）样品，置于碘量瓶中，加30 mL氢氧化钠溶液，摇匀。放置1 h，溶液中不得有油滴状物质显现。

## 5.8 密度 Density

按GB/T 611-2021第4.2规定的方法进行测定。

## 6 检验规则

### 6.1 组批

由相同的资源、相同的生产工艺生产的同一等级的，一次交付的产品构成一批。

### 6.2 抽样

按 GB/T 6680 的规定进行采样。将所采的样品混匀，缩分至约 200 g，分装入两个清洁、干燥的磨口瓶中，密封。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。一份作为实验室样品，另一份保存备查，保留时间由生产厂根据实际需要确定。

### 6.3 出厂检验

每批产品应由生产企业质量检验部门进行检验，保证出厂产品符合本文件的要求。每批出厂产品应附有产品合格证，注明生产单位、产品名称、数量、生产日期和本文件编号。出厂检验项为本文件所规定全部项目。

### 6.4 型式检验

产品型式检验包括本文件要求的全部项目。正常生产时，每一年应不少于一次，有下列情形之一时，也应进行型式检验：

- 更新关键生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 市场监督管理部门要求时；
- 与合同规定不符时。

## 7 判定规则

检验项目中如有一项或一项以上指标不符合本标准规定，应使用备用样对不符合项进行复检，以复检结果为准。检验结果全部符合本标准的规定时则判该批产品合格，否则为不合格。

## 8 标签



工业溴包装上要有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及GB 190中规定的“腐蚀性物质”标志及GB/T 191中规定的“易碎物品”“向上”“怕晒”“怕雨”标志。

## 9 包装

工业溴包装类别应符合 GB12268—2012 中表 1 的要求，包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的要求。产品采用陶瓷坛包装，坛口加垫、加盖并盖紧封严，陶瓷坛装于木箱内，或采用玻璃瓶、搪玻璃罐、衬四氟罐等耐溴腐蚀罐存储，瓶（或罐）口盖紧封严。

## 10 运输

工业溴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 617.1~JT/T 617.7 的要求。运输过程中应有遮盖物，防止曝晒和雨淋，防止猛烈撞击。严禁与还原性物质、碱金属及易燃或可燃物、金属粉末等同车混运。运输车辆装卸前后均应彻底清扫、洗净，不应有还原性物质、碱金属等禁忌物残留。装卸时要轻拿轻放，防止包装及容器破损。

## 11 贮存

工业溴应贮存于阴凉通风、干燥的库房内。库房温度应保持在-5℃~25℃，避免阳光直射，同时还应符合 GB 15603 的规定。

## 《工业溴》团体标准（征求意见稿）

### 意见反馈表

标准名称：

姓名		职称		电话	
单位		E-mail		邮编	
通信地址					
章条号	修改建议		理由		

注:单位意见请加盖单位公章（纸幅不够，请附页）