ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ТРИБРОММЕТАН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5851—75

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.223.1-4:006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

ТРИБРОММЕТАН

Технические условия

ГОСТ 5851—75

Reagents. Tribrommethane. Specifications

ОКП 26 3161 0110 03

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на трибромметан (бромоформ), представляющий собой прозрачную бесцветную жидкость, стабилизированную резорцином (ГОСТ 9970) с массовой долей 0,0025 %, растворенным в изоамиловом спирте (ГОСТ 5830) с массовой долей 0,005 % по отношению к массе трибромметана.

Формула: $CHBr_3$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 252, 731.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Трибромметан должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. По физико-химическим показателям трибромметан должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3161 0112 01	Чистый (ч.) ОКП 26 3161 0111 02
1. Массовая доля трибромметана, % не менее	98,5	97,5
2. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,002	0,002
3. Массовая доля бромидов (Br), %, не более	0,00004	0,0004
4. Плотность ($\rho\ ^{20}_{4}$), г/см^3	2,8866—2,8886	2,8846—2,8896
5. Показатель преломления	1,5970—1,5980	1,5960—1,5980
6. Вещества, темнеющие под действием серной кислоты	Испытание по п. 3.7	Должен выдерживать испытание по п. 3.7

7. **(Исключен, Изм. № 2).**

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1975
© Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Вещества, темнеющие под действием серной кислоты, и массовые доли нелетучего остатка и бромидов изготовитель определяет в каждой 10-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания к методам анализа — по ГОСТ 27025.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы не должна быть менее 650 г.

3.2. Определение массовой доли трибромметана

Массовую долю трибромметана определяют методом газожидкостной хроматографии по разности, вычитая из 100 % сумму массовых долей органических примесей в процентах.

3.2.1. *Определение массовой доли органических примесей*

3.2.1.1. *Аппаратура, посуда, материалы и реактивы*

Хроматограф ЛХМ-8 МД с детектором по теплопроводности или другой с аналогичными характеристиками, прошедший поверку по ГОСТ 8.485.

Колонка хроматографическая металлическая длиной 3 м, диаметром 3 мм.

Микрошприц МШ-10 с погрешностью дозируемого объема не выше 1 %.

Шприц вместимостью 1 см^3 многоразового применения со стеклянным поршнем, разборный.

Линейка измерительная 300 по ГОСТ 427.

Лупа измерительная ЛИП-3—10$^\times$ по ГОСТ 25706.

Секундомер.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 20 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Сита тканые по ГОСТ 6613.

Баня водяная.

Палочка стеклянная.

Стакан Н-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Чашка выпарительная 6 по ГОСТ 9147.

Флаконы полиэтиленовые вместимостью 50 см^3, в прокладке и крышке по центру просверлены отверстия диаметром 1,5—2 мм, закрытые силиконовой мембраной диаметром 10 мм, толщиной 5 мм.

Носитель твердый: сферохром-2 фракции 0,25—0,40 мм или твердый носитель другой марки с аналогичными характеристиками.

Жидкость кремнийорганическая ПМФС-4 по ГОСТ 15866.

Газ-носитель: гелий газообразный очищенный или гелий в. ч.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Эфир для наркоза (медицинский).

Дибромметан с массовой долей основного вещества не менее 95 %.

Трибромметан по настоящему стандарту с массовой долей основного вещества не менее 98,5 %.

Тетрабромметан с массовой долей основного вещества не менее 95 % в виде насыщенного раствора в ацетоне.

3.2.1.2. *Подготовка к анализу*

Сорбент для хроматографической колонки, готовят следующим образом: на отсеянный твердый носитель наносят кремнийорганическую жидкость в количестве 12 % от его массы. Для этого 6 г кремнийорганической жидкости растворяют в 100—150 см^3 эфира и полученным раствором заливают 50 г твердого носителя.

Для равномерной пропитки смесь 10 мин выдерживают на воздухе, осторожно перемешивая стеклянной палочкой, затем выпаривают эфир на водяной бане при постоянном перемешивании до полного исчезновения его запаха. Приготовленный сорбент хранят в плотно закрытой склянке.

Чистые колонки заполняют сорбентом под вакуумом согласно инструкции к прибору. Концы заполненных колонок закрывают тампоном стекловаты или металлической сеткой. Заполненные колонки устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают

газом-носителем в течение 3—4 ч при 200 °С. Включение прибора и вывод его на рабочий режим производят в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации хроматографа, прилагаемой к прибору.

3.2.1.3. *Определение относительных градуировочных коэффициентов*

Градуировочную смесь ацетона, дибромметана, тетрабромметана в трибромметане готовят гравиметрическим методом. Для этого в полиэтиленовый флакон отбирают около 0,1200 г тетрабромметана (M_j) и около 30,0000 г трибромметана ($M_{ст}$), затем через резиновую мембрану между крышкой и клапаном флакона вводят около 0,0300 г ацетона (M_i) и около 0,1800 г дибромметана (M_j). Смесь тщательно перемешивают.

Приготовленный раствор восьмикратно хроматографируют в выбранном режиме работы прибора. Полученные первые три хроматограммы не обсчитывают (пробу трибромметана трижды вводят для стабилизации колонки). На полученных последующих пяти хроматограммах вычисляют площади пиков ацетона, дибромметана, тетрабромметана (S_i) и трибромметана ($S_{ст}$) и находят относительные градуировочные коэффициенты для ацетона, дибромметана, тетрабромметана по отношению к трибромметану по формуле

$$K_i = \frac{S_{ст} \cdot M_i}{S_i \cdot M_{ст}},$$

Вычисляют средние арифметические значения K из пяти измерений. Ориентировочные значения K_i представлены в табл. 2. Значение K_i устанавливают для каждой индивидуальной системы измерений и проверяют периодически, а также после замены сорбента в колонке или ремонте хроматографа, но не реже одного раза в полугодие.

3.2.1.4. *Проведение анализа*

Органические примеси определяют при рабочих условиях, указанных ниже:

температура термостата колонки, °С — 150 ± 2;

температура термостата детектора, °С — 200 ± 5;

температура испарителя, °С — 190 ± 5;

рабочий ток моста детектора, мА — 130 ± 5;

скорость газа-носителя, см³/мин — 65 ± 5;

скорость диаграммной ленты, мм/ч — 600;

время анализа с обсчетом хроматограмм, мин — 20.

При установившемся режиме в колонку хроматографа через резиновое уплотнение испарителя вводят микрошприцем пробу трибромметана объемом 3—4 мм³ и снимают хроматограмму.

На хроматограмме пики воздуха, ацетона, дибромметана, неидентифицированного компонента и тетрабромметана записывают при коэффициенте масштаба выходного сигнала, равного 1, а пик трибромметана — при 100.

О качественном составе пробы судят по относительному времени удерживания компонентов (относительно трибромметана).

Последовательность выхода компонентов из колонки и относительное время удерживания указаны в табл. 2.

Таблица 2

Наименование компонента	Относительное время удерживания	Относительный градуировочный коэффициент K_i
1. Воздух	0,10	—
2. Ацетон	0,21	0,32
3. Дибромметан	0,38	0,96
4. Неидентифицированный компонент	0,58	1,0
5. Трибромметан	1,0	1,0
6. Тетрабромметан	2,47	1,16

При перерывах между определениями трибромметана более 1 ч необходимо пассивировать прибор по тетрабромметану. Для этого последовательно друг за другом выполняют три определения трибромметана в условиях настоящей методики без обсчета полученных хроматограмм, после чего приступают к проведению количественного определения состава трибромметана.

3.2.1.5. *Обработка результатов*

Количественный состав пробы определяют методом внутренней нормализации.

Площадь пиков компонентов (S_i) в мм² определяют при помощи электронного интегратора или вычисляют путем умножения ширины пика ($b^1/_2$), измеренной на половине высоты, на высоту пика (h) и на коэффициент масштаба выходного сигнала по формуле

$$S_i = h \cdot b^1/_2 \cdot A.$$

Ширину пика измеряют при помощи измерительной лупы от наружной линии одной стороны до внутренней линии другой стороны пика с погрешностью не более 0,05 мм.

Массовую долю каждого компонента в трибромметане (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot K_i \cdot 100}{\Sigma S_i \cdot K_i},$$

где S_i — площадь пика определяемого компонента, мм²;

K_i — относительный градуировочный коэффициент определяемого компонента;

$\Sigma S_i \cdot K_i$ — сумма произведений площадей пиков на соответствующие градуировочные коэффициенты всех компонентов анализируемого продукта, мм².

3.2.2. Массовую долю трибромметана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - \Sigma X_i,$$

где ΣX_i — сумма массовых долей органических примесей.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютные расхождения между которыми не превышают 0,2 %.

Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата расчета массовой доли основного вещества в трибромметане составляет ±0,22 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.1а—3.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3. Определение массовой доли нелетучего остатка проводят по ГОСТ 27026. При этом 17,4 см³ (50,0 г) препарата помещают в кварцевую или платиновую чашку и далее определение проводят по ГОСТ 27026.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Определение массовой доли бромидов (Br^-)

3.4.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор с массовой долей 25 %.

Раствор, содержащий Br, готовят по ГОСТ 4212.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1,7 %.

Воронка ВД-1—50 по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1(2) и 10 см³.

Стакан В-2—50 по ГОСТ 25336.

3.4.2. *Проведение анализа*

8,7 см³ (25 г) препарата, отмеренные с погрешностью не более 0,1 см³, помещают в делительную воронку, прибавляют 10 см³ воды, энергично взбалтывают в течение 3 мин и оставляют в покое до разделения слоев. Водный слой помещают в стакан, прибавляют 1 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме для препарата чистый для анализа 0,01 мг Br, для препарата чистый — 0,1 мг Br и те же количества реактивов.

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5. Плотность определяют по ГОСТ 18995.1 с помощью пикнометра вместимостью 25 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2.

3.7. Определение веществ, темнеющих под действием серной кислоты

Определение проводят по ГОСТ 14871 методом цветовой шкалы (йодной). При этом 5 см^3 препарата помещают в сухую делительную воронку вместимостью 25—50 см^3 (ГОСТ 25336), прибавляют 5 см^3 серной кислоты (ГОСТ 4204, х. ч., выдерживающая пробу Савалля) и встряхивают содержимое воронки в течение 3 мин.

После полного расслоения смеси верхний сернокислотный слой помещают в сухую пробирку (П-1—12—60, П-1—14—120 по ГОСТ 25336), прибавляют 0,5 см^3 спирта (ГОСТ 18300, высшего сорта) и перемешивают до просветления раствора.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора (сернокислотного), наблюдаемая на фоне молочно-белого стекла в проходящем свете, не будет интенсивнее окраски раствора сравнения с показателем цветности десять йодной шкалы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.8. **(Исключен, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают в соответствии с требованиями ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 3т-1, 3т-5.

Группа фасовки: VI.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Транспортную тару маркируют по ГОСТ 14192. На каждую единицу потребительской тары наносится знак опасности по ГОСТ 19433 (черт. 6б), соответствующий классу опасности 6, подклассу 6.1. Классификационный шифр 6113.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Препарат хранят в закрытых сухих складах, в условиях, обеспечивающих сохранность качества продукта.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие трибромметана требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Трибромметан оказывает наркотическое действие на организм. Токсичен. Действует на почки и печень, при соприкосновении с кожей вызывает дерматиты.

6.2. Предельно допустимая концентрация продукта в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 5 мг/м^3. Продукт относится к веществам 3-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.3. Все работы с трибромметаном следует проводить в условиях действия эффективной вытяжной вентиляции, в суконной спецодежде, резиновых перчатках, сапогах и прорезиненном фартуке. Для защиты от паров трибромметана следует применять противогаз марки БКФ.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   М.А. Скребков, С.А. Назаров, В.И. Смирнова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29.08.75 № 2284**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 5851—51**

4. **Периодичность проверки — 5 лет**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.485—83	3.2.1.1
ГОСТ 12.1.007—76	6.2
ГОСТ 427—75	3.2.1.1
ГОСТ 1277—75	3.4.1
ГОСТ 2603—79	3.2.1.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4204—77	3.7
ГОСТ 4212—76	3.4.1
ГОСТ 4461—77	3.4.1
ГОСТ 5830—79	Вводная часть
ГОСТ 6613—86	3.2.1.1
ГОСТ 6709—72	3.4.1
ГОСТ 9147—80	3.2.1.1
ГОСТ 9970—74	Вводная часть
ГОСТ 14192—96	4.3
ГОСТ 14871—76	3.7
ГОСТ 15866—70	3.2.1.1
ГОСТ 18300—87	3.7
ГОСТ 18995.1—73	3.5
ГОСТ 18995.2—73	3.6
ГОСТ 19433—88	4.3
ГОСТ 24104—88	3.2.1.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1.1; 3.4.1; 3.7
ГОСТ 25706—83	3.2.1.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 27026—86	3.3

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в январе 1980 г., июне 1988 г. (ИУС 3—80, 10—88)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.08.98. Подписано в печать 02.09.98. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 129 экз. С/Д 6352. Зак. 22.

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

gost.e-ecolog.ru