4109-79

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

БРОМ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4109—79

Издание официальное

БЗ 5—92

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.14-41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

БРОМ

Технические условия

Reagents. Bromine.
Specifications

ГОСТ
4109—79

ОКП 26 1112 0040 08

Срок действия с 01.07.80
до 01.07.95

Настоящий стандарт распространяется на бром, представляющий собой красно-бурую легколетучую жидкость с удушливым запахом; растворим в воде, легко растворим в хлороформе, четыреххлористом углероде, этиловом спирте, эфире, сероуглероде и в концентрированной соляной кислоте; плотность 3,12 г/см^3.

Формула Br_2.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 159,808.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По химическим показателям бром должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1979
© Издательство стандартов, 1993
Переиздание с изменениями

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 1112 0043 05	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 1112 0042 06	Чистый (ч.) ОКП 26 1112 0041 07
1. Массовая доля брома (Br_2), %, не менее	99,6	99,6	99,3
2. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,002	0,002	0,002
3. Массовая доля органических веществ, %, не более	0,01	0,02	0,02
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,001	0,002	Не нормируется
5. Массовая доля хлора (Cl), %, не более	0,02	0,04	0,10
6. Массовая доля йода (J), %, не более	0,0001	0,0005	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. По степени воздействия на организм человека бром относится к высокоопасным веществам (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007—76). В жидком состоянии действует на кожу прижигающе, образуя долго не заживающие язвы. Пары брома раздражают верхние дыхательные пути, вызывают кашель, головокружение, носовое кровотечение.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны – 0,5 мг/м³.

2.2. Бром не горюч; является сильным окислителем. Взаимодействие органических веществ с бромом сопровождается сильным разогреванием, а в отдельных случаях самовоспламенением.

2.1; 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.3. **(Исключен, Изм № 2).**

2.4. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.5. Помещения, в которых проводятся работы с бромом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Массовую долю остатка после прокаливания, органических веществ, сульфатов и йода изготовитель определяет периодически в каждой 5-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73.

Масса средней пробы должна быть не менее 500 г.

Объем брома, необходимый для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или цилиндром с погрешностью не более 1%.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. **Определение массовой доли брома**

4.2.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х.ч., раствор с массовой долей 30%.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 1%; готовят по ГОСТ 4517—87.

Натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = =0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Бюретка 1(2, 3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-1—100—19/26 (24/29, 29/32) ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 1(4, 5)—2—1 по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по НТД.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74.

4.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,1 см^3 (0,2500—0,3000 г) препарата быстро помещают в предварительно взвешенную колбу, содержащую 15 см^3 раствора йодистого калия. Колбу немедленно закрывают пробкой, выдерживают около весов в течение 10—15 мин и снова взвешивают на тех же весах. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

По разнице в массе определяют массу навески препарата. Затем колбу открывают, смывают пробку и стенки колбы водой и титруют выделившийся йод раствором 5-водного серноватисто-кислого натрия, прибавляя в конце титрования 1 см³ раствора крахмала, до обесцвечивания раствора.

4.2.1; 4.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю брома (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{V\cdot 0,007991\cdot 100}{m}-2,25X_1,$$

где V — объем раствора 5-водного серноватисто-кислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,007991 — масса брома, соответствующая 1 см³ раствора 5-водного серноватисто-кислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

2,25 — коэффициент пересчета хлора на бром;

X_1 — массовая доля хлора, найденная по п. 4.5, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 0,4%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,4% при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. **Определение массовой доли остатка после прокаливания и органических веществ**

4.3.1а. *Реактивы и аппаратура*

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Баня водяная.

Бумага фильтровальная марки ФОС по ГОСТ 12026—76.

Печь муфельная.

Чаша 50 по ГОСТ 19908—90.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74.

Эксикатор 2—180(230) по ГОСТ 25336—82.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.3.1. *Проведение анализа*

32 см³ (100 г) препарата, взятого по объему цилиндром, помещают в кварцевую чашу, предварительно прокаленную при 600 °С до постоянной массы и взвешенную (результат взвешивания (m) в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и выпаривают на водяной бане при температуре не выше 50 °С.

После испарения брома чашу с остатком помещают на 1 ч в эксикатор с серной кислотой, предварительно протерев ее с наружной стороны фильтровальной бумагой досуха, затем чашу взвешивают (m_1) и помещают в муфельную печь при 180—200 °С, постепенно повышая температуру печи до 600 °С. Содержимое чаши прокаливают при этой температуре в течение 30 мин, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают (m_2).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после прокаливания ($m_2—m$) не будет превышать:

для препарата химически чистый — 2 мг,
для препарата чистый для анализа — 2 мг,
для препарата чистый — 2 мг

и если масса органических веществ ($m_1—m_2$) не будет превышать:

для препарата химический чистый — 10 мг,
для препарата чистый для анализа 20 мг,
для препарата чистый — 20 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа при определении массовой доли остатка после прокаливания ±20%, при определении массовой доли органических веществ ±15% при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.4. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 3,2 см³ (10 г) препарата, взятого по объему пипеткой 6(7)—2—5, помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80), прибавляют 2 см³ раствора хлористого натрия (ГОСТ 4233—77) с массовой долей 0,25% и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток смачивают 2—5 см³ воды и снова выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу 2—50—2 (ГОСТ 1770—74), объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

20 см³ полученного раствора (соответствуют 4 г препарата) пипеткой 6(7) 2—25 или 2—2—20 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,04 мг SO_4,
для препарата чистый для анализа — 0,08 мг SO_4.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.3.1; 4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.5. **Определение массовой доли хлора**

4.5.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий азотно-кислый по ГОСТ 4217—77, насыщенный раствор,

или натрий азотно-кислый по ГОСТ 4168—79, насыщенный раствор.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74, раствор с массовой долей 0,6%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1 : 1.

Магний серно-кислый 7-водный по ГОСТ 4523—77.

Натрий сульфит 7-водный, раствор с массовой долей 3%.

Серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации $c(AgNO_3)=0{,}05$ моль/дм^3 (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.3—83.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

Бюретка 1(2)—2—10—0,05 или 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-1—100—19/26 (24/29, 29/32) ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колба мерная 2—250—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—2—50, 1(4, 5)—2—1(2) и 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Стакан Н—2—100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(2, 3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Баня водяная.

pH-метр — милливольтметр pH-121 или иономер универсальный ЭВ-74 или другого типа.

Мешалка магнитная.

Электрод серебряный (индикаторный электрод), представляющий собой серебряную пластинку шириной 5—10 мм или проволоку диаметром 2—3 мм, длиной 60—100 мм. Перед применением электрод зачищают тонкой наждачной бумагой, смоченной спиртом, ополаскивают водой и помещают на несколько часов в раствор бромистого калия. Перед началом работы электрод повторно промывают водой.

Электрод хлорсеребряный ЭВЛ-1Н3 (электрод сравнения), заполненный насыщенным раствором азотно-кислого калия или натрия.

Электроплитка.

4.5.2. *Проведение анализа*

2,5—3,0 см^3 препарата, взятого пипеткой 6(7)—2—5, помещают в коническую колбу, предварительно взвешенную, содержащую 25 см^3 раствора бромистого калия, и взвешивают на тех же весах. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

По разнице в массе определяют массу навески препарата. Затем содержимое колбы нагревают на водяной бане до удаления основной массы брома, после чего кипятят до обесцвечивания раствора, охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу, прибавляют 2—3 капли раствора 7-вод-

ного сульфита натрия, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

50 см³ полученного раствора переносят в стакан, прибавляют 1 см³ раствора серной кислоты и 3—5 г 7-водного серно-кислого магния.

Электроды промывают водой, погружают в анализируемый раствор, присоединяют к pH-метру или иономеру, после чего раствор титруют раствором азотно-кислого серебра из бюретки по каплям при перемешивании магнитной мешалкой. При этом сначала титруется оставшийся бром-ион, а затем хлор-ион. Конец титрования бром-иона и хлор-иона устанавливают по резкому изменению потенциала.

4.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлора (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1=\frac{(V-V_1)\cdot 0{,}001772\cdot 250\cdot 100}{m\cdot 50},$$

где V — общий объем раствора азотно-кислого серебра концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование бром-иона и хлор-иона, см³;

V_1 — объем раствора азотно-кислого серебра концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование бром-иона, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,001772 — масса хлора, соответствующая 1 см³ раствора азотно-кислого серебра концентрации точно 0,05 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,005%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,003% при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

4.5.1—4.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.6. **Определение массовой доли йода**

4.6.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Бром, насыщенный водный раствор (бромная вода); готовят по ГОСТ 4517—87.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей 4%.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с массовой долей 20%; готовят по ГОСТ 4517—87.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 1%; готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой долей 10%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 20%.

Раствор, содержащий йодиды (J); готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации J 0,01 мг/см³.

Колба 1(2)—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-1(2)—100—18(22, 34) ТС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4(5)—2—1—(2), 6(7)—2—5(10) или 2—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Пробирка П4—15(20)—14/23 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74.

Электроплитка.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.6.2. *Проведение анализа*

1,6 см³ (5 г) препарата химически чистый или 0,32 см³ (1 г) препарата чистый для анализа пипеткой 4(5)—2—2 помещают в коническую колбу, прибавляют 20 см³ воды, 4 см³ раствора гидроокиси натрия и перемешивают до растворения брома. Затем к полученному раствору прибавляют 10 см³ раствора азотной кислоты и кипятят на электроплитке до обесцвечивания, осторожно вращательными движениями перемешивая раствор в процессе нагревания. Затем прибавляют еще 1 см³ раствора азотной кислоты и снова кипятят до удаления остаточного брома.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 см³ полученного раствора помещают в пробирку, прибавляют 2—3 капли раствора 2-водной сульфосалициловой кислоты, 0,1 см³ раствора йодистого калия и 0,5 см³ раствора крахмала, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

Одновременно готовят растворы сравнения следующим образом: в конические колбы помещают 0,005 мг йода, прибавляют 20 см³ воды, 1 см³ бромной воды, перемешивают, прибавляют 4 см³ раствора гидроокиси натрия, снова перемешивают и прибавляют 10 см³ раствора азотной кислоты. Полученный раствор кипятят до обесцвечивания, охлаждают, переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. В дальнейшем поступают так же, как и с анализируемым раствором.

Окраску анализируемого раствора сравнивают с окраской раствора сравнения.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 1т-1, 3т-1, 3т-6, 3-5.

Группа фасовки: IV, V, VI не более 3,5 кг.

Бутылки с бромом упаковывают в ящики по ГОСТ 18573—86 (тип 11—1, номер 9—1 или 4—1). В пространство между бутылками закладывают две поперечные и две продольные дощечки, засыпают вермикулитом или аналогичным уплотняющим материалом.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционных знаков: «Верх, не кантовать», «Осторожно, хрупкое!» и знаков опасности по ГОСТ 19433—88 (основной — по черт 8, дополнительные — по черт. 5 и 6а), с указанием класса опасности 8, подкласса 8,3, классификационного шифра 8321, серийного номера ООН 1744.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях при температуре не выше 20 °С отдельно от органических реактивов.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — один год со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Г. В. Грязнов, С. А. Назаров, В. П. Лопаткина, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, З. М. Ривина, З. Е. Северюхина, Л. И. Волковая, Л. Ф. Булгакова, Г. И. Федотова, Л. В. Кидиярова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.05.79 № 1981

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 4109—64

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	2.1
ГОСТ 1277—75	4.5.1
ГОСТ 1770—74	4.2.1, 4.3.1а, 4.4, 4.5.1, 4.6.1
ГОСТ 3885—73	3.1, 4.1, 5.1
ГОСТ 4160—74	4.5.1
ГОСТ 4168—79	4.5.1
ГОСТ 4204—77	4.3.1а, 4.5.1
ГОСТ 4212—76	4.6.1
ГОСТ 4217—77	4.5.1
ГОСТ 4232—74	4.2.1, 4.6.1
ГОСТ 4233—77	4.4
ГОСТ 4328—77	4.6.1
ГОСТ 4461—77	4.6.1
ГОСТ 4478—78	4.6.1
ГОСТ 4517—87	4.2.1, 4.6.1
ГОСТ 4523—77	4.5.1
ГОСТ 6709—72	4.2.1, 4.5.1, 4.6.1
ГОСТ 9147—80	4.4
ГОСТ 10163—76	4.2.1, 4.6.1
ГОСТ 10671.5—74	4.4
ГОСТ 12026—76	4.3.1а
ГОСТ 14192—77	5.1
ГОСТ 18300—87	4.5.1
ГОСТ 18573—86	5.1
ГОСТ 19433—88	5.1
ГОСТ 19908—90	4.3.1а
ГОСТ 20292—74	4.2.1, 4.5.1, 4.6.1
ГОСТ 25336—82	4.2.1, 4.3.1а, 4.5.1, 4.6.1
ГОСТ 25794.2—83	4.2.1
ГОСТ 25794.3—83	4.5.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 27025—86	4.1а
ГОСТ 27068—86	4.2.1

5. Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 27.09.89 № 2906

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1993 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., октябре 1989 г. (ИУС 3—85, 1—90)

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *В. С. Черная*

Подп. к печ. 19.05.93. Усл. п. л. 0,75. Усл. кр.-отт. 0,75. Уч.-изд. л. 0,72. Тираж 1062 экз. С 209.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 178.

gost.e-ecolog.ru