ГОСТ 22707—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТИЛ БРОМИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 7—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.09.77 № 2312**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	6.2	ГОСТ 14871—76	3.4
ГОСТ 17.2.3.02—78	6.1.1	ГОСТ 15102—75	4.7
ГОСТ 1770—74	3.5.1; 3.6.1; 3.7.1	ГОСТ 15860—84	4.1
ГОСТ 2603—79	3.3.1	ГОСТ 18471—83	3.4
ГОСТ 3118—77	3.3.1	ГОСТ 18481—81	3.5.1
ГОСТ 4328—77	3.7.1	ГОСТ 19433—88	4.4
ГОСТ 4919.1—77	3.3.1; 3.7.1	ГОСТ 20435—75	4.7
ГОСТ 5728—76	3.3.1	ГОСТ 21804—94	4.1
ГОСТ 6613—86	3.3.1	ГОСТ 24104—88	3.6.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1; 3.7.1	ГОСТ 25336—82	3.2; 3.3.1; 3.6.1; 3.7.1
ГОСТ 9147—80	3.3.1	ГОСТ 25706—83	3.3.1
ГОСТ 9293—74	3.3.1	ГОСТ 25794.1—83	3.7.1
ГОСТ 14189—81	2.1; 3.1.1; 4.1; 4.4; 4.7; 4.9	ГОСТ 28498—90	3.5.1
ГОСТ 14192—96	4.4		

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

6. **ИЗДАНИЕ (май 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1983 г., марте 1988 г., феврале 1993 г. (ИУС 1—84, 7—88, 8—93)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Н.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 25.06.2001. Подписано в печать 20.07.2001. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 131 экз. С 1582. Зак. 714.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

УДК 632.95:006.354 Группа Л16

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МЕТИЛ БРОМИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

ГОСТ 22707—77

Technical methyl bromide.
Specifications

ОКП 24 4741 0000

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на технический бромистый метил, получаемый при взаимодействии метанола с солями брома в присутствии серной кислоты или метанола с бромом и серой и предназначенный для фумигации.

Формула: CH_3Br.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 99,94.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Бромистый метил должен изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

1.3. По физико-химическим показателям бромистый метил должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма
1. Внешний вид ниже точки кипения (3,56 °С)	Прозрачная жидкость без осадка
2. Массовая доля бромистого метила, %, не менее	98,5
3. Цветность по йодной шкале, мг J_2/100 $см^3$, не более	10
4. Плотность при 0 °С, г/$см^3$	1,710—1,735
5. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,01
6. Массовая доля кислот в пересчете на бромистый водород, %, не более	0,02

Примечание. При получении бромистого метила из солей брома с завышенным содержанием хлорида по согласованию с потребителем допускается массовая доля бромистого метила не менее 95 %, при этом массовая доля хлористого метила — не более 5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 14189, при этом масса партии должна быть не более суточной выработки.

Герметичность проверяют на всех баллонах партии.

2.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 2001

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. Пробы бромистого метила отбирают по ГОСТ 14189. Для отбора пробы на штуцер вентиля баллона навинчивают накидную гайку со штуцером с загнутой вниз медной трубкой длиной 200 мм.

Из каждого выделенного баллона отбирают пробу не менее 50 $см^3$ в склянку с пришлифованной пробкой, охлажденную до температуры не выше минус 5 °С, при этом сифон и вентиль предварительно промывают 50—100 $см^3$ продукта. Объем средней пробы должен быть не менее 200 $см^3$.

До проведения анализа склянку с пробой следует хранить в охлаждающей смеси температурой не выше минус 10 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Внешний вид определяют визуально

Анализируемый бромистый метил наливают в охлажденную до минус 10 °С пробирку из бесцветного стекла П4-25—14/23 по ГОСТ 25336 и просматривают в проходящем свете.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Определение массовой доли бромистого метила

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.1. Приборы, посуда и реактивы

Хроматограф газовый типа «Цвет» или любой другой с детектором по теплопроводности.

Колонка хроматографическая металлическая длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм.

Шкаф сушильный лабораторный.

Микрошприц вместимостью 10 $мм^3$.

Сита металлические с сеткой № 014 — 0355 по ГОСТ 6613.

Планиметр или лупа измерительная по ГОСТ 25706 с ценой деления 0,1 мм.

Секундомер типа СДПпр или другого типа.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147.

Цилиндр вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Сферохром (твердый носитель) частицами размером 0,140—0,355 мм.

Трикрезилфосфат для хроматографии или трикрезилфосфат технический по ГОСТ 5728.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

Гелий газообразный высшей очистки (газ-носитель).

Азот по ГОСТ 9293.

Эфир этиловый.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а., разбавленная 1:1.

Метиловый оранжевый (индикатор), готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.3.2. Подготовка к анализу

3.3.2.1. Приготовление сорбента

15 г трикрезилфосфата помещают в фарфоровую чашку и растворяют в 150 $см^3$ ацетона. При энергичном перемешивании в полученный раствор добавляют 100 г сферохрома. Растворитель удаляют выпариванием на водяной бане под тягой при постоянном перемешивании до исчезновения запаха ацетона, а затем — в сушильном шкафу при 110 °С в течение 5 ч.

Высушенный сорбент охлаждают в эксикаторе и хранят в банке с пришлифованной пробкой.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.3.2.2. Подготовка колонки

Хроматографическую колонку заполняют раствором соляной кислоты. Через 20—30 мин кислоту сливают, колонку промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывной воды по метиловому оранжевому.

Затем колонку заполняют ацетоном или этиловым эфиром и оставляют на 1—2 ч.

Колонку промывают растворителем 4—5 раз, а затем для удаления остатков его колонку продувают азотом или сухим чистым воздухом в течение 15—20 мин со скоростью 2—5 $дм^3/ч$.

3.3.2.3. Заполнение колонки

Чистую сухую колонку заполняют сорбентом, приготовленным по п. 3.3.2.1. Для этого один конец колонки закрывают стеклянной ватой и обматывают неплотным материалом (капроном). К другому концу колонки подсоединяют стеклянный сосуд, в который предварительно помещают

сорбент. Второй конец стеклянного сосуда подсоединяют к баллону с азотом, который пропускают со скоростью 2—5 дм^3/ч, и выдувают им сорбент в колонку хроматографа.

По колонке непрерывно постукивают и следят за тем, чтобы сорбент малой струей проходил в колонку. Когда в сосуде для заполнения объем сорбента перестанет изменяться, подачу азота прекращают, колонку отсоединяют. Конец колонки, через который вели заполнение, закрывают и снимают неплотный материал (капрон) с другого конца колонки. В оба конца вставляют металлические сетки и присоединяют колонку к хроматографу. Заполненную колонку помещают в термостат и, не подсоединяя к детектору, продувают гелием со скоростью 3 дм^3/ч при 80 °С в течение 5—6 ч.

Колонку отсоединяют от хроматографа. Если на соединениях образовались пустоты, колонку дополняют сорбентом, присоединяют к хроматографу и при тех же условиях продувают гелием в течение 4—5 ч.

Устанавливают следующий режим градуировки и работы прибора:

скорость газа-носителя, дм^3/ч	2
скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	720
ток моста детектора, мА	180
температура колонки, °С	60
температура детектора, °С	100
температура испарителя, °С	100

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.2.4. Градуировка хроматографа

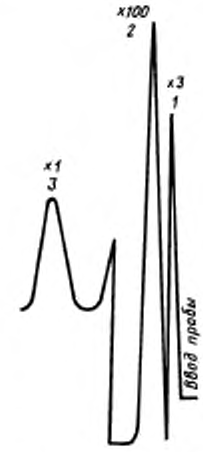
Для градуировки хроматографа около 1—2 мм^3 жидкости индивидуального вещества (бромистого метила, хлористого метила, метанола) вводят поочередно в хроматограф и по секундомеру замеряют время выхода вершины пика каждого определяемого компонента.

3.3.3. Проведение анализа

1—2 мм^3 бромистого метила отбирают охлажденным до минус 6 °С микрошприцем, вводят в хроматограф и снимают хроматограмму при условиях, указанных в п. 3.3.2.3.

Идентификацию пиков проводят сравнением времени выхода компонентов со временем выхода индивидуальных веществ. По методу «внутренней нормализации» вычисляют массовую долю бромистого метила.

Типовая хроматограмма бромистого метила приведена на черт. 1.



1 — хлористый метил; 2 — бромистый метил; 3 — метанол

Черт. 1

Порядок и относительное время удерживания компонентов следующие:

хлористый метил	0,53
бромистый метил	1
метанол	4,53

После окончания работы шприц необходимо промыть эфиром и просушить при 35—40 °С. Общая продолжительность анализа (четыре параллельных определения) — 2 ч.

3.3.2.4, 3.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

3.3.4. Обработка результатов

Массовую долю бромистого метила (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{S_1 100}{\Sigma S_i},$$

где S_1 — площадь пика бромистого метила, мм^2;

ΣS_i —сумма площадей пиков бромистого метила и примесей, мм^2.

Площадь пика каждого компонента (S_i) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле

$$S_i = K_i h_i b_i,$$

где h_i — высота пика определяемого компонента, мм;

b_i — ширина пика определяемого компонента, определенная на половине его высоты, мм;

K_i — поправочный коэффициент определяемого компонента.

При использовании хроматографа «Цвет» для бромистого метила, хлористого метила K_i равен 1, для метанола — 0,5.

За результат анализа принимают среднее арифметическое четырех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % относительно вычисляемой величины при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Определение цветности по йодной шкале

Цветность по йодной шкале определяют по ГОСТ 14871 (разд. 1), при этом пробирку, в которую помещают бромистый метил, предварительно охлаждают до минус 10 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.1—3.4.3. **(Исключены, Изм. № 2).**

3.5. Определение плотности

3.5.1. Приборы, посуда и реактивы

Ареометр общего назначения АОН-2 1660—1750 по ГОСТ 18481.

Термометр типа Б (А) по ГОСТ 28498.

Цилиндр 1(3) 39/335 по ГОСТ 18481 или цилиндр 1(3)—250—2 по ГОСТ 1770.

Смесь охлаждающая.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.5.2. Проведение анализа

Охлажденный бромистый метил наливают в цилиндр, помещенный в охлаждающую смесь температурой не выше минус 3 °С, и опускают в цилиндр термометр и ареометр. При достижении температуры бромистого метила 0 °С производят отсчет по делению на шкале ареометра, соответствующему нижнему мениску жидкости.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютные допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,001 г/см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.6. Определение массовой доли нелетучего остатка

3.6.1. Приборы и посуда

Весы лабораторные общего назначения 1-го или 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Шкаф сушильный лабораторный.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—10—2 по ГОСТ 1770.

Колба типа Кн вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 25336.

3.6.2. Проведение анализа

Чистую колбу, доведенную до постоянной массы при (100±2) °С, охлаждают в эксикаторе, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), охлаждают до минус 10 °С и наливают в нее цилиндром 10 см^3 бромистого метила, температура которого не выше 0 °С.

Колбу извлекают из охлаждающей смеси и осторожно нагревают на водяной бане до полного испарения бромистого метила. Затем остаток в колбе сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу при (100±2) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.6.1, 3.6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.6.3. Обработка результатов

Массовую долю нелетучего остатка (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m)100}{10\rho},$$

где m — масса пустой колбы, г;

m_1 — масса колбы с остатком, г;

10 — объем пробы бромистого метила, см^3;

ρ — плотность бромистого метила, определенная по п. 3.5, г/см^3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютные допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,003 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.7. Определение массовой доли кислот в пересчете на бромистый водород

3.7.1. Реактивы, растворы и посуда

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.), готовят по ГОСТ 25794.1.

Метиловый оранжевый (индикатор), водный раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Колба типа Кн вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—10—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 5 или 10 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7.2. Проведение анализа

10 см^3 дистиллированной воды помещают в коническую колбу, охлаждают до 0 °С, затем наливают в колбу цилиндром 5 см^3 бромистого метила, охлажденного до минус 10 °С.

Содержимое колбы периодически взбалтывают до полного испарения бромистого метила и образования прозрачного раствора, после чего в раствор добавляют 2 капли индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия.

3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на бромистый водород (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,000809 \cdot 100}{\rho 5},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.), израсходованный на титрование, см^3;

5 — объем пробы бромистого метила, см^3;

ρ — плотность бромистого метила при 0 °С, определенная по п. 3.5, г/см^3;

0,000809 — масса бромистого водорода, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.), г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютные допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,003 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.8. Герметичность баллонов проверяют сразу после наполнения, через сутки и при отгрузке потребителям путем смачивания соединений мыльной водой или с помощью галоидной индикаторной горелки.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Бромистый метил упаковывают в соответствии с требованиями ГОСТ 14189 в чистые сухие стальные баллоны по ГОСТ 15860 типа 1, 2 или 3, вместимостью 12, 27 и 50 дм^3.

Баллоны должны быть рассчитаны на рабочее давление не менее 980665 Па (10 кгс/см^2) и укомплектованы латунными вентилями по ГОСТ 21804. Вентили баллонов должны быть снабжены сифонными латунными трубками, не доходящими до дна баллона на 15—20 мм. Допускается применять латунные угловые игольчатые вентили.

На 1 дм^3 объема баллона заливают не более 1,4 кг бромистого метила.

Наружная поверхность баллонов должна быть окрашена в серый цвет.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. В баллонах с бромистым метилом должно быть создано избыточное давление 294199,5—392266,0 Па (3—4 атм) путем вдувания воздуха или азота.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Техническое освидетельствование, эксплуатацию баллонов, их окраску и маркировку должны проводить в соответствии с требованиями по устройству и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

4.4. Маркировка — по ГОСТ 14189 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от нагрева» по ГОСТ 14192, знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 2, подкласс 2.2, классификационный шифр группы 2213) и дополнительной надписи: «Сжиженный газ». Надпись «Бромистый метил» должна быть сделана краской черного цвета, серийный номер ООН 1062.

Способ нанесения маркировки — непосредственно на тару по трафарету или наклейка ярлыка.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4.5. **(Исключен, Изм. № 1).**

4.6. Под колпак, предохраняющий вентиль баллона, помещают инструкцию для потребителей.

4.7. Транспортирование — по ГОСТ 14189. Баллоны с бромистым метилом транспортируют в вертикальном или горизонтальном положении. Между баллонами должна быть прокладка из деревянных брусков с вырезанными гнездами.

Баллоны с кольцами транспортируют без деревянных брусков.

Допускается баллоны с бромистым метилом транспортировать по железной дороге в универсальных металлических контейнерах по ГОСТ 15102 или ГОСТ 20435.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.8. **(Исключен, Изм. № 1).**

4.9. Хранение — по ГОСТ 14189.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

5.2. Гарантийный срок хранения бромистого метила — два года со дня изготовления.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Бромистый метил в обычных условиях представляет собой бесцветный без запаха трудногорючий газ, который конденсируется до прозрачной жидкости с температурой кипения 3,56 °С; смешивается со спиртом, простыми эфирами, кетонами и сложными эфирами, легко растворяется в жирах и маслах, трудно — в воде.

6.2. Бромистый метил — вещество чрезвычайно опасное (1-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007). Предельно-допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны (ПДК) — 1 мг/м^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

6.3. В организм человека бромистый метил проникает через органы дыхания и кожу. При превышении ПДК сильно действует на нервную систему, характерной особенностью отравления бромистым метилом является наличие скрытого периода действия, который может продолжаться до нескольких суток.

6.4. Температура самовоспламенения бромистого метила 527 °С, область воспламенения в воздухе отсутствует. При объемной доле 13,5 %—14,5 % наблюдается местное горение вблизи источника зажигания. Область воспламенения в кислороде в объемных долях 14 %—19 %.

6.5. При производстве бромистого метила необходимо руководствоваться утвержденной инструкцией по технике безопасности, при фумигации строго соблюдать санитарные правила по хранению, транспортированию и применению пестицидов в сельском хозяйстве № 1123—73, утвержденные Министерством здравоохранения СССР.

6.6. При работе с бромистым метилом следует применять средства индивидуальной защиты.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.7, 6.8. **(Исключены, Изм. № 2).**

6.9. Рабочие помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающей чистоту воздуха и содержание бромистого метила в концентрациях, не превышающих ПДК.

6.10. Все аналитические работы с бромистым метилом необходимо проводить в вытяжном шкафу с нижней тягой.

6.11. Контроль за соблюдением предельно допустимых выбросов (ПДК) проводят в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02. Утилизацию отходов проводят в соответствии с санитарными правилами порядка накопления, транспортирования, обезвреживания и захоронения токсичных промышленных отходов.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

gost.e-ecolog.ru