ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

НАТРИЙ БРОМИСТЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4169—76

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН ВНИИ химических реактивов и особо чистых химических веществ

Зам. директора **Г. В. Грязнов**
Руководители темы: **В. Г. Брудзь, И. Л. Ротенберг**
Исполнители: **З. М. Ривина, Л. В. Кидиярова, З. А. Жукова**

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член коллегии **В. Ф. Ростунов**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **А. В. Гличев**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 сентября 1976 г. № 2231

УДК 546.33 141-41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

НАТРИЙ БРОМИСТЫЙ

Технические условия

Reagents. Sodium bromide. Spesification

ГОСТ 4169—76

Взамен ГОСТ 4169—66

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 сентября 1976 г. № 2231 срок действия установлен

с 01.07.1977 г.
до 01.07.1982 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — бромистый натрий, который представляет собой белый кристаллический порошок или бесцветные кристаллы, растворим в воде.

Формула NaBr.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 102,89.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. По физико-химическим показателям бромистый натрий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.)	Чистый (ч.)
1. Натрий бромистый (NaBr) в высушенном препарате, %, не менее	99	98
2. Нерастворимые в воде вещества, %, не более	0,005	0,010
3. Потери при высушивании, %, не более	1,5	2,5
4. Азот (N) — общее содержание из нитратов, нитритов и др., %, не более	0,001	0,002
5. Броматы (BrO_3), %, не более	0,001	0,001
6. Йодиды (J), %, не более	0,005	0,005
7. Сульфаты (SO_4), %, не более	0,002	0,010
8. Хлориды (Cl), %, не более	0,2	0,6
9. Барий (Ba), %, не более	0,002	0,006
10. Железо (Fe), %, не более	0,0002	0,0005
11. Тяжелые металлы (Pb), %, не более	0,0002	0,0010
12. Кальций (Ca), %, не более	0,001	0,005
13. Магний (Mg), %, не более	0,001	0,002
14. Мышьяк (As), %, не более	0,0001	Не нормируется
15. pH 5%-ного раствора препарата	6,5—8	6,5—8

Издание официальное Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1976

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 200 г.

3.2. Определение содержания бромистого натрия

3.2.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

дифенилкарбазон, 1%-ный спиртовой раствор; готовят по ГОСТ 4919—68;

калий хлористый по ГОСТ 4234—69, х.ч. или

натрий хлористый по ГОСТ 4233—66, х.ч.;

кислота азотная, не содержащая окислов азота; раствор готовят по ГОСТ 4517—75;

ртуть по ГОСТ 4658—73;

ртуть азотнокислая закисная по ГОСТ 4521—68, 0,1 н. раствор; готовят следующим образом: 28,1 г закисной азотнокислой ртути растворяют в 1 л воды, содержащей 40 мл раствора азотной кислоты и прибавляют 2—3 капли ртути; раствор хранят в склянке из оранжевого стекла. Коэффициент нормальности раствора закисной азотнокислой ртути устанавливают через 1—2 суток после его приготовления по хлористому калию или хлористому натрию, предварительно прокаленному в муфельной печи при 500—600°С до постоянной массы.

Около 0,2 г прокаленного хлористого калия или хлористого натрия взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 50 мл воды, прибавляют 5 мл раствора азотной кислоты и титруют раствором закисной азотнокислой ртути, прибавляя в конце титрования 0,2 мл раствора дифенилкарбазона.

Коэффициент нормальности раствора закисной азотнокислой ртути (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{0{,}007455 \cdot V},$$

где m — масса навески хлористого калия, г;

V — объем раствора закисной азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, мл;

0,007455 — количество хлористого калия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора закисной азотнокислой ртути, г.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,3 г препарата, предварительно высушенного до постоянной массы при 105—110°С в сушильном шкафу по п. 3.4, взве-

шивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 50 мл воды, прибавляют 5 мл раствора азотной кислоты и титруют раствором закисной азотнокислой ртути. Не доходя до точки эквивалентности на 2—3 мл (по теоретическому расчету), прибавляют 0,2 мл раствора дифенилкарбазона и продолжают титрование до резкого перехода голубовато-зеленой окраски образовавшейся суспензии в синюю или сине-фиолетовую.

3.2.3. *Обработка результатов*

Содержание бромистого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01029 \cdot 100}{m} - X_1 \cdot 2{,}902,$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора закисной азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, мл;

X_1 — содержание хлоридов в препарате, найденное по настоящему стандарту, %;

m — масса навески препарата, г;

0,01029 — количество бромистого натрия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора закисной азотнокислой ртути, г;

2,902 — коэффициент пересчета хлоридов (Cl) на бромистый натрий.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

3.3. Определение содержания нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Применяемые реактивы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ПОР16.

3.3.2. *Проведение анализа*

20 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 300—400 мл и растворяют в 150 мл воды. Стакан накрывают часовым стеклом, выдерживают раствор на кипящей водяной бане в течение 1 ч и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Остаток на фильтре промывают 100 мл горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1 мг;

для препарата чистый — 2 мг.

3.4. Определение потерь при высушивании

Определение проводят по ГОСТ 14870—69 методом высушивания в термостате. Навеска препарата — 1 г.

3.5. Определение общего содержания азота — по ГОСТ 10671.4—74. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 45 мл воды и далее определение проводят фотометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если общее содержание азота не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,04 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке общего содержания азота анализ заканчивают фотометрическим методом.

3.6. Определение содержания броматов

3.6.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 2%-ный раствор;

кислота серная по ГОСТ 4204—66, 1 н. раствор;

раствор, содержащий BrO_3; готовят по ГОСТ 4212—76.

3.6.2. *Проведение анализа*

2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 20 мл воды, прибавляют 1 мл раствора йодистого калия, 5 мл раствора серной кислоты и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора, наблюдаемая через 30 мин на фоне молочного стекла, не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме;

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг BrO_3,

для препарата чистый — 0,02 мг BrO_3,

1 мл раствора йодистого калия и 5 мл раствора серной кислоты.

3.7. Определение содержания йодидов

3.7.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

бензол по ГОСТ 5955—75;

хлороформ;

бром, насыщенный водный раствор (бромная вода); готовят по ГОСТ 4517—75;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

калий йодистый по ГОСТ 4232—75, 5%-ный раствор;

кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73, 20%-ный раствор;

кислота серная по ГОСТ 4204—66, 20%-ный раствор;

раствор, содержащий йод, готовят по ГОСТ 4212—76.

3.7.2. *Проведение анализа*

0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл и растворяют в 50 мл воды.

10 мл полученного раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл (с меткой на 20 мл), прибавляют 10 мл воды, 0,1 мл бромной воды, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. К горячему раствору прибавляют 0,2 мл раствора муравьиной кислоты, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и переносят в пробирку из бесцветного стекла типа ПХ (ГОСТ 10515—75) вместимостью 25 мл. Затем прибавляют 0,2 мл раствора серной кислоты, 0,1 мл раствора йодистого калия, перемешивают, прибавляют 3 мл бензола или хлороформа, сильно встряхивают несколько раз и оставляют до расслоения.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска органического слоя анализируемого раствора, наблюдаемая на фоне молочного стекла, не будет интенсивнее окраски органического слоя раствора, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг J;

для препарата чистый — 0,005 мг J.

0,1 мл бромной воды, 0,2 мл раствора муравьиной кислоты, 0,2 мл раствора серной кислоты, 0,1 мл раствора йодистого калия, 3 мл бензола или хлороформа.

3.8. Определение содержания сульфатов — по ГОСТ 10671.5—74. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 25 мл воды и, если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой. Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

При разногласиях в оценке содержания сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.9. Определение содержания хлоридов

3.9.1. *Применяемые реактивы, растворы и приборы:*

аммиак водный по ГОСТ 3760—64;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 1%-ный раствор;

кислота азотная по ГОСТ 4461—67, раствор 1 : 1;

кислота серная по ГОСТ 4204—66;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 н. раствор;
потенциометр;
электрод сравнения стеклянный;
электрод индикаторный серебряный; изготавливается из серебряной проволоки длиной 300 мм, диаметром 1—1,5 мм в виде спирали, или из серебряной пластины длиной 100 мм, шириной 10 мм. Перед применением поверхность серебряного электрода чистят тонкой наждачной бумагой и погружают в раствор азотной кислоты до выделения пузырьков на поверхности металла. При повторном использовании серебряный электрод помещают последовательно в раствор аммиака для растворения налета азотнокислого серебра и в раствор азотной кислоты.

3.9.2. *Проведение анализа*

Около 1 г препарата, предварительно высушенного до постоянной массы в сушильном шкафу при 105—110°С, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 25 мл воды и осторожно прибавляют 3 мл серной кислоты. Раствор нагревают почти до кипения и небольшими порциями при перемешивании прибавляют 30 мл раствора марганцовокислого калия, ожидая каждый раз исчезновения появляющегося помутнения. Раствор нагревают на электрической плитке, покрытой асбестом, до обесцвечивания раствора, поддерживая объем раствора не менее 30 мл. Затем раствор охлаждают, количественно переносят в стакан вместимостью 200—500 мл, доводят объем водой до 100 мл и перемешивают. В стакан с раствором помещают электроды и при перемешивании раствора мешалкой титруют из микробюретки вместимостью 10 мл раствором азотнокислого серебра до скачков потенциала. Сначала титруется оставшийся бром-ион (первый скачок потенциала), затем хлор-ион (второй скачок потенциала). Вблизи скачков потенциала раствор азотнокислого серебра следует прибавлять по каплям. Разность потенциалов считают установившейся, если она не меняется в течение 1 мин. По полученным данным строят график титрования, откладывая по оси абсцисс количества раствора азотнокислого серебра в миллилитрах (v), а по оси ординат — соответствующие им значения разности потенциалов в милливольтах (E).

3.9.3. *Обработка результатов*

Содержание хлоридов (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}003545 \cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора азотнокислого серебра, израсходованный на суммарное титрование бром-иона и хлор-иона, мл;

V_1 — объем точно 0,1 н. раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование бром-иона (до первого скачка потенциала), мл;

m — масса навески препарата, г;

0,003545 — количество хлоридов, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора азотнокислого серебра, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%.

3.10. Определение содержания бария

3.10.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота серная по ГОСТ 4204—66, 16%-ный раствор;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор, свежеприготовленный и профильтрованный через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой;

раствор, содержащий барий; готовят по ГОСТ 4212—76.

3.10.2. *Проведение анализа*

1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 20 мл воды и, если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой. Затем прибавляют при перемешивании 3 мл раствора крахмала и 1 мл раствора серной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора, наблюдаемая через 30 мин на темном фоне, не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме;

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг Ba;

для препарата чистый — 0,06 мг Ba,

3 мл раствора крахмала и 1 мл раствора серной кислоты.

3.11. Определение содержания железа — по ГОСТ 10555—75.

При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 2,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл), растворяют в 20 мл воды, прибавляют 1 мл раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают и, если он мутный, фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой. Далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание железа не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,
для препарата чистый — 0,0125 мг.

Допускается заканчивать определение фотометрически или визуально.

При разногласиях в оценке содержания железа анализ заканчивают фотометрически.

3.12. Определение содержания тяжелых металлов — по ГОСТ 17319—71. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 15 мл воды и, если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой. Далее определение проводят тиоацетамидным методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание тяжелых металлов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,
для препарата чистый — 0,05 мг.

Допускается заканчивать определение фотометрически или визуально.

При разногласиях в оценке содержания тяжелых металлов анализ заканчивают фотометрически.

3.13. Определение содержания кальция

3.13.1. *Применяемые реактивы, растворы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

мурексид (аммонийная соль пурпуровой кислоты), 0,05%-ный раствор; раствор годен в течение двух суток;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 1 н. раствор;

раствор, содержащий кальций; готовят по ГОСТ 4212—76;

пробирки стеклянные типа ПХ по ГОСТ 10515—75.

3.13.2. *Проведение анализа*

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл), растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор сохраняют для определения магния.

5 мл полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в пробирку из бесцветного стекла вместимостью 25 мл, прибавляют 1 мл раствора едкого натра, 1 мл раствора мурексида, перемешивают, доводят объем раствора водой до 10 мл и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1—2 мин в проходящем свете на фоне молочного стекла фиолетовая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски рас-

твора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг Ca,

для препарата чистый — 0,025 мг Ca,

1 мл раствора едкого натра и 1 мл раствора мурексида.

3.14. Определение содержания магния

3.14.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

аммиак водный по ГОСТ 3760—64;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 10%-ный раствор;

ацетон по ГОСТ 2603—71;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

магнезон ХС, 0,01%-ный ацетоновый раствор; применяют не ранее, чем через сутки после приготовления. Раствор годен в течение 4—5 недель;

раствор, содержащий магний; готовят по ГОСТ 4212—76;

пробирки стеклянные типа ПХ по ГОСТ 10515—75.

3.14.2. *Проведение анализа*

3 мл раствора, приготовленного по п. 3.12 (соответствуют 0,3 г препарата), помещают в пробирку из бесцветного стекла вместимостью 25 мл, прибавляют 2 мл воды, 1 мл раствора хлористого аммония, 2 мл ацетона, 1 мл раствора аммиака и 1 мл раствора магнезона ХС, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин в проходящем свете на фоне молочного стекла розовато-синяя окраска анализируемого раствора, по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,003 мг Mg,

для препарата чистый — 0,006 мг Mg,

1 мл раствора хлористого аммония, 2 мл ацетона, 1 мл раствора аммиака и 1 мл раствора магнезона ХС.

3.15. Определение содержания мышьяка — по ГОСТ 10485—75. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 30 мл воды и далее определение проводят арсиновым методом (способ 2).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромнортутной бумажки от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумажки от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа—0,001 мг As, 20 мл раствора серной кислоты, 0,5 мл раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

3.16. Определение pH 5%-ного раствора препарата

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 200 мл, растворяют в 95 мл воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—75), и измеряют pH раствора на pH-метре со стеклянным электродом.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: Бо-1, Бо-3п, Бо-5п, Б-6 (с оберткой в светонепроницаемую бумагу).

Группа фасовки: IV, V, VI.

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 должен гарантировать соответствие бромистого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения бромистого натрия, установленных настоящим стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения бромистого натрия — один год со дня изготовления. По истечении указанного срока бромистый натрий перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Бромистый натрий может вызывать при продолжительном воздействии раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

6.2. При отборе проб и анализе бромистого натрия не следует допускать попадания его на кожу и слизистые оболочки, а также необходимо соблюдать меры личной гигиены.

6.3. Работу с бромистым натрием следует проводить под тягой, при работающей вытяжной вентиляции.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *Е. А. Богачкова*

Сдано в наб. 06.10.76 Подп. к печ. 28.10.75 0,75 п. л. 0,72 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 4 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1539