# ГОСТ 4109-79 Бром. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ 4109-79

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

БРОМ

Технические условия

Reagents. Bromine. Specifications

ОКП 26 1112 0040 08

Срок действия с 01.07.80
до 01.07.95\*
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Ограничение срока действия снято
по протоколу N 4-93 Межгосударственного Совета
по стандартизации, метрологии и сертификации
(ИУС N 4, 1994 год).

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 N 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 |
| \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\* Отменен. На территории РФ действует ГОСТ 14192-96.. |
| 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 |
| 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 N 2906

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1993 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., октябре 1989 г. (ИУС 3-85, 1-90)

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.

Формула Вr.

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

(Измененная редакция, Изм. N 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.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |
|  | Норма |
| Наименование показателя | 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 (Вr), %, 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 (SО), %, 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. N 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/м.

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. N 2).

2.3. (Исключен, Изм. N 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. N 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. N 2).

## 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

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

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

## 4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1a. 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. N 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. N 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  (NаSО·5НО)=0,1 моль/дм (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 (0,2500-0,3000 г) препарата быстро помещают в предварительно взвешенную колбу, содержащую 15 см 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 см раствора крахмала, до обесцвечивания раствора.

4.2.1; 4.2.2. (Измененная редакция, Изм. N 2).

4.2.3. Обработка результатов

Массовую долю брома () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - объем раствора 5-водного серноватисто-кислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм, израсходованный на титрование, см;

 - масса навески препарата, г;

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

2,25 - коэффициент пересчета хлора на бром;

 - 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 =0,95.

(Измененная редакция, Изм. N 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. N 2).

4.3.1. Проведение анализа

32 см (100 г) препарата, взятого по объему цилиндром, помещают в кварцевую чашу, предварительно прокаленную при 600 °С до постоянной массы и взвешенную (результат взвешивания () 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 () 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 ().

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после прокаливания () 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 () 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 =0,95.

4.4. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом 3,2 см(10 г) препарата, взятого по объему пипеткой 6(7)-2-5, помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147-80), прибавляют 2 см раствора хлористого натрия (ГОСТ 4233-77) с массовой долей 0,25% и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток смачивают 2-5 см 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 см полученного раствора (соответствуют 4 г препарата) пипеткой 6(7)-2-25 или 2-2-20 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см 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,

для препарата чистый для анализа - 0,08 мг SO.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом

.

4.3.1; 4.4. (Измененная редакция, Изм. N 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  (AgNO)=0,05 моль/дм(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.

рН-метр - милливольтметр рН-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 препарата, взятого пипеткой 6(7)-2-5, помещают в коническую колбу, предварительно взвешенную, содержащую 25 см 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-водного сульфита натрия, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

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

Электроды промывают водой, погружают в анализируемый раствор, присоединяют к рН-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 () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - общий объем раствора азотно-кислого серебра концентрации точно 0,05 моль/дм, израсходованный на титрование бром-иона и хлор-иона, см;

 - объем раствора азотно-кислого серебра концентрации точно 0,05 моль/дм, израсходованный на титрование бром-иона, см;

 - масса навески препарата, г;

0,001772 - масса хлора, соответствующая 1 см раствора азотно-кислого серебра концентрации точно 0,05 моль/дм, 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 =0

,95.

4.5.1-4.5.3. (Измененная редакция, Изм. N 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/см.

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. N 2).

4.6.2. Проведение анализа

1,6 см (5 г) препарата химически чистый или 0,32 см (1 г) препарата чистый для анализа пипеткой 4(5)-2-2 помещают в коническую колбу, прибавляют 20 см воды, 4 см раствора гидроокиси натрия и перемешивают до растворения брома. Затем к полученному раствору прибавляют 10 см раствора азотной кислоты и кипятят на электроплитке до обесцвечивания, осторожно вращательными движениями перемешивая раствор в процессе нагревания. Затем прибавляют еще 1 см 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 см полученного раствора помещают в пробирку, прибавляют 2-3 капли раствора 2-водной сульфосалициловой кислоты, 0,1 см раствора йодистого калия и 0,5 см 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 см воды, 1 см бромной воды, перемешивают, прибавляют 4 см раствора гидроокиси натрия, снова перемешивают и прибавляют 10 смраствора 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. N 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. N 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. N 1).