

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ТРИБРОММЕТАН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5851—75

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

ТРИБРОММЕТАН

Технические условия

Reagents. Tribrommethane.
SpecificationsГОСТ
5851—75

ОКП 26 3161 0110 03

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на трибромметан (бромформ), 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: CBr_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.

Т а б л и ц а 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 (ρ_4^{20}), 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).



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 см³ многообразового применения со стеклянным поршнем, разборный.

Линейка измерительная 300 по ГОСТ 427.

Лула измерительная ЛИП-3—10* 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 см³, 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 см³ 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_t) 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_d). 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.

Т а б л и ц а 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.