



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЭТИЛ БРОМИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 2658—75

Издание официальное



Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**ЭТИЛ БРОМИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ****ГОСТ****Технические условия****2658—75***

Ethyl bromide for industrial use.
Specifications

Взамен
ГОСТ 2658—56

ОКП 24 1231

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 4 февраля 1975 г. № 314 срок введения установлен

с 01.01.76

Проверен в 1986 г. Постановлением Госстандата от 29.05.86 № 1350
срок действия продлен

до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический бромистый этил, предназначенный для применения в медицинской промышленности, производстве этиловой жидкости.

Формула C_2H_5Br .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 108,97.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей и первой категорий качества.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Технический бромистый этил 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 бромистый этил должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Персиздание (декабрь 1987 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1978 г., ноябре 1982 г., мае 1986 г. (ИУС 1-78, 2-83, 8-86).

© Издательство стандартов, 1988

Наименование показателя	Норма	
	Высшая категория качества	Первая категория качества
	Высший сорт ОКП 24 1231 0120 02	Первый сорт ОКП 24 1231 0130 00
1. Внешний вид		
2. Проба с хлористым кобальтом		
3. Плотность при 20°C, г/см³		
4. Массовая доля бромистого этила, %, не менее	97	96
5. Массовая доля органических примесей (хлористого этила, этилового эфира, этилового спирта), %, не более	2,8	3,8
6. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,003	0,003
7. Кислотность	Отсутствие	

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Бромистый этил принимают партиями. Партией считают любое количество однородного по качественным показателям продукта, сопровождаемого одним документом о качестве.

При заливе бромистого этила в цистерны каждую цистерну принимают за партию.

2.2. В документе о качестве должно быть указано:

- а) наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- б) наименование продукта;
- в) номер партии, количество мест в партии;
- г) дата изготовления;
- д) масса брутто и нетто;
- е) результаты анализа;
- ж) обозначение настоящего стандарта;
- з) надписи: «Опасно!», «Ядовито!».

2.3. Для проверки качества бромистого этила на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта от партии отбирают 10% бочек, но не менее трех, если партия состоит менее чем из 30 бочек.

2.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ объединенной пробы, отобранный от удвоенной выборки той же партии или удвоенного количества проб из цистерны.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

2.1—2.4. (Измененная редакция, Иzm. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечную пробу бромистого этила из бочек отбирают чистой сухой пробоотборной трубкой по ГОСТ 2517—85. Трубку медленно опускают до дна бочки, закрывают верхний конец пробкой, быстро вынимают и сливают содержимое в чистую сухую, герметично закрывающуюся стеклянную банку.

3.2. Точечную пробу бромистого этила из цистерны отбирают через верхний люк при помощи пробоотборника по ГОСТ 2517—85 из трех различных по высоте мест (сверху, из середины, снизу). Объем точечной пробы должен быть не менее 0,2 дм³.

3.3. Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и объединенную пробу в объеме не менее 0,5 дм³ помещают в чистую сухую, герметично закрывающуюся стеклянную банку.

На банку с пробой наклеивают этикетку с обозначениями: наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы, фамилии пробоотборщика.

3.1—3.3. (Измененная редакция, Иzm. № 2).

3.4. Определение внешнего вида

Анализируемый бромистый этил наливают в чистую сухую пробирку из бесцветного стекла вместимостью 25 см³ и рассматривают на белом фоне при дневном свете.

3.5. Проба с хлористым кобальтом

В пробирку из бесцветного стекла помещают анализируемый бромистый этил и опускают туда полоску фильтровальной бумаги, пропитанную насыщенным раствором хлористого кобальта по ГОСТ 4525—77 и высушенному при 120°C. Полоска должна сохранить синий цвет. Это соответствует массовой доле воды в продукте не более 0,2%.

3.6. Плотность определяют по ГОСТ 18995.1—73 денсиметром

3.7. Определение массовой доли бромистого этила и органических примесей (хлористого этила, этилового эфира и этилового спирта)

3.7.1. Применяемые реактивы, растворы и приборы:

хроматограф газовый с детектором по теплопроводности;

колонка газохроматографическая металлическая, длиной 1 м, диаметром 3—4 мм;

микрошипци типа МШ-10;

планиметр или измерительная лупа, с ценой деления 0,1 мм по ГОСТ 25706—83;

секундомер по ГОСТ 5072—79;

чашка выпарительная 5 по ГОСТ 9147—80;

газ-носитель — гелий газообразный, высшей очистки;

носитель твердый — сферахром-1, зернами размером 0,15—0,315 мм;

трикрезилфосфат для хроматографии;

динонилфталат для хроматографии;

кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, х. ч.;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч., раствор концентрации с (HCl) = 5 моль/дм³ (5 н.);

метиловый оранжевый (индикатор), приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

акетон по ГОСТ 2603—79;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

эксикатор по ГОСТ 25336—82.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7.2. Приготовление сорбента

3 г ортофосфорной кислоты помещают в фарфоровую чашу и растворяют в 150 см³ этилового спирта. В полученный раствор при перемешивании добавляют 100 г сферахрома-1. Чашу помещают на водянную баню и при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой выпаривают растворитель досуха. Затем чашу помещают в сушильный шкаф и сушат при 100°C в течение 6—10 ч.

В другой фарфоровой чаше 8 г трикрезилфосфата и 8 г динонилфталата растворяют в 150 см³ ацетона. В полученный раствор при энергичном перемешивании добавляют высущенный сферахром-1. Растворитель удаляют выпариванием на водяной бане под тягой до отсутствия запаха ацетона.

Высущенный сорбент хранят в эксикаторе.

3.7.3. Подготовка к анализу

Газохроматографическую колонку заполняют соляной кислотой. Через 20—30 мин кислоту удаляют и промывают колонку дистилированной водой до нейтральной реакции промывной воды по метиловому оранжевому, а затем 100 см³ этилового спирта. Для удаления остатков спирта колонку продувают сжатым сухим чистым воздухом в течение 15—20 мин.

Чистую сухую колонку заполняют по инструкции к хроматографу сорбентом, приготовленным по п. 3.7.2, затем колонку присоединяют к детектору и продувают газом-носителем со скоростью 50 см³/мин в течение 5—6 ч при 80°C.

Монтаж, наладку и вывод прибора на рабочий режим производят в соответствии с правилами по монтажу и эксплуатации хроматографа, прилагаемыми к прибору.

Устанавливают следующий режим градуировки и работы прибора.

Скорость газа-носителя, мл/мин	18
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	240
Ток моста детектора, мА	250
Температура колонки, °С	50
Температура испарителя, °С	95—100

Для градуировки хроматографа поочередно вводят около 1 мкл жидкости или 10 мкл пара индивидуального вещества (хлористого этила, этилового эфира и этилового спирта). По секундомеру измеряют время выхода вершины пика каждого определяемого компонента.

3.7.4. Проведение анализа

2—3 мкл бромистого этила вводят шприцем в испаритель хроматографа и снимают хроматограмму при условиях, указанных в п. 3.7.3.

Идентификацию пиков проводят сравнением времени выхода компонентов с временем выхода индивидуальных веществ.

Порядок и время компонентов (мин) следующие:

Типовая хроматограмма бромистого этила



1—хлористый этил; 2—этанольный эфир; 3—бромистый этил; 4—этанольный спирт

хлористый этил — 2,66;
этанольный эфир — 2,98;
бромистый этил — 3,81;
этанольный спирт — 5,91.

Типовая хроматограмма бромистого этила приведена на чертеже.

Шприц после проведения анализа необходимо промыть этиловым спиртом и просушить при 35—40°C.

3.7.5. Обработка результатов

Массовую долю компонентов определяют по площадям пиков методом «внутренней нормализации».

Массовую долю каждого компонента (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i (100 - 0,2)}{\Sigma S},$$

где S_i — площадь пика определяемого компонента, мм^2 ;

ΣS — сумма площадей всех пиков, мм^2 .

Площадь пика каждого компонента (S_i) вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot b_i,$$

где h_i — высота пика компонента, мм;

b_i — ширина пика, измеренная на половине высоты, мм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ в процентах относительно средней величины не должны превышать:

для хлористого этила — 5;

для этилового эфира — 4;

для этилового спирта — 5.

Последующая проба должна вводиться не ранее чем через 15 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.8. Определение массовой доли нелетучего остатка

3.8.1. Применяемая посуда

пипетка 2—1—50 по ГОСТ 20292—74;

чаша фарфоровая по ГОСТ 9147—80;

весы лабораторные общего назначения I или 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.8.2. Проведение анализа

50 см³ бромистого этила помещают в фарфоровую выпарительную чашку, предварительно доведенную до постоянной массы. Чашку с бромистым этилом нагревают на кипящей водяной бане и выпаривают содержимое досуха. Остаток сушат в сушильном шкафу при температуре 100—105°C до постоянной массы и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

3.8.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m) \cdot 100}{50 \cdot \varphi},$$

где m — масса фарфоровой чаши, г;

m_1 — масса фарфоровой чаши с нелетучим остатком, г;

φ — плотность бромистого этила, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 10% относительно средней величины.

3.8.2, 3.8.3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

3.9. Определение кислотности

3.9.1. Применяемые реактивы, растворы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

метиловый оранжевый (индикатор), приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

пробирки П1, П2 по ГОСТ 25336—82.
 (Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.9.2. Проведение анализа

5 см³ бромистого этила и 5 см³ дистиллированной воды помещают в пробирку, встряхивают и прибавляют одну каплю индикатора.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если водный раствор окрашивается в желтый цвет.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Бромистый этил заливают в герметичные стальные бочки по ГОСТ 17366—80, тип I, II, вместимостью 110—275 дм³ железнодорожные цистерны по ГОСТ 10674—82, принадлежащие грузоотправителю или грузополучателю.

Бромистый этил, предназначенный для применения в медицинской промышленности, заливают в бочки из нержавеющей стали вместимостью 250 дм³ по ГОСТ 26155—84 или другому нормативно-техническому документу.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.2. Каждую бочку перед наполнением очищают внутри от ржавчины, промывают и высушивают. Цистерны перед наполнением бромистым этилом также подвергают очистке.

4.3. Степень (уровень) заполнения цистерн (бочек) рассчитывают с полным использованием вместимости (грузоподъемности) цистерн (бочек) и объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.4. Заполненные бочки и цистерны пломбирует технический контроль предприятия-изготовителя.

4.5. Специальные надписи и трафареты на цистерны наносят в соответствии с правилами перевозки грузов.

4.6. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с указанием манипуляционных знаков «Боится нагрева», «Герметичная упаковка» и знака опасности по ГОСТ 19433—81, черт. 6а (класс опасности 6, подкласс 6.1, классификационный шифр группы 6112).

На бочки с бромистым этилом прикрепляют бумажный ярлык со следующими данными, характеризующими продукт:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
 наименование продукта;

номер партии;

масса нетто и брутто;

дата изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

4.7. Бромистый этил транспортируют железнодорожным, автомобильным и водным транспортом в соответствии с правилами, действующими на транспорте данного вида.

Транспортирование бромистого этила в бочках железнодорожным транспортом производят повагонно и мелкими отправками.

При транспортировании продукта водным транспортом и мелкими отправками железнодорожным транспортом пакетирование производят по ГОСТ 21929—76.

4.5—4.7. (Измененная редакция, Изм. № 3).

4.8. Бромистый этил хранят в закрытых емкостях в специально оборудованном помещении с приточно-вытяжной вентиляцией.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Гарантийный срок хранения бромистого этила — шесть месяцев, а продукта с государственным Знаком качества — двенадцать месяцев со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Бромистый этил представляет собой бесцветную трудногорючую жидкость с запахом хлороформа, токсичен. Он может вызывать острое отравление и хроническую профессиональную интоксикацию. Отравления возможны при попадании бромистого этила в организм через органы дыхания и желудочно-кишечный тракт.

6.2. Предельно допускаемая концентрация (ПДК) бромистого этила в воздухе рабочей зоны производственных помещений 5 мг/м³.

Определение концентрации бромистого этила в воздухе рабочей зоны проводят спектрофотометрическим методом или фотометрическим с пиридином.

6.3. Бромистый этил жидкий пожаробезопасен, в парообразном состоянии — пожаро- и взрывобезопасен. Область воспламенения паров в смеси с воздухом 6,05—8,75% (по объему). Температура самовоспламенения 455°C.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.4. При работе с бромистым этилом, при промывке и обработке тары из-под него обслуживающий персонал должен быть обеспечен индивидуальными средствами защиты: резиновыми пер-

чатками, спецодеждой, противогазами марки А или М, при высоких концентрациях — шланговыми или изолирующими.

6.5. Все аналитические работы с бромистым этилом необходимо проводить в вытяжном шкафу. Не допускается принимать пищу и курить на рабочих местах.

6.6. Рабочие помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

6.7. При разливе бромистый этил необходимо засыпать сухим песком с последующей эвакуацией его в безопасное место.

Редактор *Н. В. Бобкова*

Технический редактор *И. Н. Дубина*

Корректор *Е. А. Легчилина*

Сдано в наб. 29.03.88 Подп. в печ. 14.05.88 0,75 усл. л. л. 0,73 усл. пр. отт. 0,56 уч. изд. л.
Тираж 5 000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123540, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6 Зак. 2249