
Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л21

Изменение № 2 ГОСТ 646—84 Хлорбензол технический. Технические условия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.04.94 (отчет Технического секретариата № 2)

Дата введения 1996—07—01

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Беларусь Республика Казахстан Республика Молдова Российская Федерация Туркменистан Украина	Белстандарт Госстандарт Республики Казахстан Молдовастандарт Госстандарт России Туркменглавгосинспекция Госстандарт Украины

(Продолжение см. с. 40)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 646—84)

Вводная часть. Последний абзац изложить в новой редакции:

«Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 112,56».

Пункт 1.2. Таблица 1. Графа «Высший сорт». Заменить значение: 0,010 на 0,01.

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Требования безопасности

2.1. Технический хлорбензол — легковоспламеняющаяся жидкость.

Показатели пожаровзрывоопасности определяют по ГОСТ 12.1.044—89.

Температура вспышки 29 °С, температура воспламенения 57 °С, температура самовоспламенения 637 °С.

Пары хлорбензола с воздухом образуют взрывоопасные смеси. Концентрационные пределы распространения пламени (по объему): нижний — 1,4 %, верхний — 9,8 %.

Температурные пределы распространения пламени: нижний — 28 °С, верхний — 62 °С.

(Продолжение см. с. 41)

При работе с хлорбензолом следует соблюдать требования ГОСТ 12.1.004—91 по обеспечению пожарной безопасности и ГОСТ 12.1.010—76 по обеспечению взрывобезопасности.

2.2. По степени воздействия на организм человека технический хлорбензол — умеренно опасное вещество (3-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005—88). Оказывает наркотическое действие, обладает кумулятивным эффектом. Действует на кровь и кроветворные органы, вызывает острые отравления и хронические интоксикации. В организм человека поступает через дыхательные пути и неповрежденные кожные покровы.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) хлорбензола в воздухе рабочей зоны — 100/50 мг/м³ (в числителе — максимальная, в знаменателе — среднесменная ПДК). ПДК атмосферного воздуха населенных мест: максимально разовая — 0,1 мг/м³, среднесуточная — 0,1 мг/м³. ПДК хлорбензола в водных объектах хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования — 0,02 мг/дм³.

2.3. Производственные помещения, в которых проводят работы с хлорбензолом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной и местной вентиляцией. Оборудование и коммуникации должны быть герметизированы. Все выбросы в атмосферу должны быть оборудованы огнепреградителями.

В помещении на видном месте должны быть помещены знаки «Осторожно! Легковоспламеняющееся вещество!» и «Запрещается пользоваться открытым огнем» по ГОСТ 12.4.026—76.

Производственный персонал должен быть обеспечен средствами индивидуальной защиты (специальная одежда, резиновые перчатки, защитные очки, промышленный противогаз марки А по ГОСТ 12.4.121—83).

2.4. Пролитый хлорбензол удаляют с помощью песка или опилок, загрязненный участок омывают водой, а загрязненный песок или опилки обезвреживают в соответствии с порядком транспортирования, обезвреживания и захоронения промышленных отходов, утвержденных Минздравом.

При загорании применяют пену, огнетушащие порошки ПСБ-3, ПСБ, объемное тушение, диоксид углерода».

Пункт 4.1 дополнить абзацем: «Допускается отбор проб продукта по ГОСТ 29173—91».

Пункт 4.3а дополнить абзацем: «Результаты анализа округляют до того десятичного знака, который указан в таблице технических требований».

Пункт 4.3.1. Первый абзац дополнить словами: «или цилиндр по ГОСТ 18481—81».

Пункт 4.3.2 после слова «пробирку» дополнить словом: «(цилиндр)» (2 раза).

Пункт 4.5 изложить в новой редакции: «4.5. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870—77 реактивом Фишера или по ГОСТ 24614—81.

При разногласиях в оценке массовой доли воды определение проводят по ГОСТ 14870—77 реактивом Фишера (электрометрическим титрованием)».

Пункт 4.6.1 изложить в новой редакции:

«4.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка газохроматографическая стальная или стеклянная внутренним диаметром 3—4 мм длиной 3 или 5 м.

Весы лабораторные 2-го и 3-го классов точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75 с ценой деления 1 мм.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706—83.

Микрошприц МШ-10.

Печь муфельная, обеспечивающая нагрев до 700 °С.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336—82.

Секундомер.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в интервале 30—50 °С и 150—200 °С.

Термопара любого типа, обеспечивающая измерение температуры в интервале 600—700 °С.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147—80.

Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до 200 °С.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Водород технический марки А или Б по ГОСТ 3022—80 или водород электролизный от генератора водорода СГС-2.

Воздух сжатый.

Газ-носитель: гелий газообразный или азот газообразный по ГОСТ 9293—74, или аргон газообразный по ГОСТ 10157—79.

Гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828—83.

n-Додекан, х. ч.

n-Нонан, х. ч.

n-Октан, х. ч.

m-Дихлорбензол, ч.

n-Дихлорбензол, ч.

o-Дихлорбензол, ч.

Хлорбензол хроматографический.

o-Хлортолуол, ч.

n-Хлортолуол, ч.

Этилбензол технический по ГОСТ 9385—77.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Тиофен.

Эфир этиловый медицинский.

Метилен хлористый технический по ГОСТ 9968—86.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с массовой долей 25 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная в соотношении 1:1.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор молярной концентрации $c(\text{AgNO}_3)=0,1$ моль/дм³ (готовят по ГОСТ 25794.3—83).

Носитель твердый: сферохром 1 или хроматон N или хроматон N—AW или хроматон N—AW—НМДС с частицами размером 0,16—0,25 мм.

Фаза жидкая неподвижная: полиэтиленгликоль 4000 или полиэтиленгликоль-адипинат.

Допускается использовать любые другие твердые носители и неподвижные жидкие фазы, обеспечивающие разделение и определение массовых долей компонентов с погрешностью не более установленной в настоящем стандарте.

Для приготовления градуировочных смесей допускается применение веществ, соответствующих определяемым компонентам, с массовой долей основного вещества не менее 95 %».

Пункт 4.6.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «проба с азотнокислым серебром» на «проба с раствором азотнокислого серебра»;

второй абзац. Заменить слова: «до первого» на «до второго»;

третий абзац. Заменить слово: «фарфоровую» на «выпарительную» (2 раза).

Пункт 4.6.2.2 до слов «Типовая хроматограмма образца хлорбензола приведена на чертеже» (после таблицы 2) изложить в новой редакции:

«4.6.2.2. Градуирование хроматографа

Массовую долю примесей определяют методом «внутреннего эталона». В качестве «внутреннего эталона» используют *n*-додекан или *n*-нонан.

Градуирование хроматографа проводят по 4—5 градуировочным смесям, содержащим определяемые компоненты (примеси) в концентрациях, близких к их концентрациям в анализируемом продукте.

Градуировочную смесь готовят следующим образом: в стаканчик для взвешивания помещают последовательно 10—50 г хлорбензола и «внутренний эталон», взятый в количестве 0,05—0,30 % от массы хлорбензола. Смесь перемешивают, отбирают микрошприцем необходимый объем и не менее двух раз вводят в испаритель хроматографа. Далее к смеси добавляют определяемые компоненты. Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Погрешность приготовления градуировочной смеси с заданной концентрацией компонента (или эталона) не должна превышать 5 % заданной концентрации.

Допускается готовить градуировочные смеси другими способами и приемами с погрешностями их приготовления не выше установленных в настоящем стандарте.

Полученную градуировочную смесь перемешивают и вводят в хроматограф 4—5 раз.

Хроматограммы снимают при условиях, указанных в п. 4.6.3.

Градуировочный коэффициент (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{эт}}{m_{эт} \cdot S_i},$$

где m_i , $m_{эт}$ — массы определяемого компонента и «внутреннего эталона» соответственно, введенные в градуировочную смесь, г;

$S_{эт}$, S_i — площади пиков «внутреннего эталона» и определяемого компонента соответственно, мм².

(Продолжение см. с. 44)

Площадь пика вычисляют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты.

Площади пиков определяемых компонентов (S_i) при наличии их в хлорбензоле, используемом для приготовления градуировочных смесей, вычисляют по формуле

$$S_i = S_{i_2} - S_{i_1} \left(\frac{S_{э1_2}}{S_{э1_1}} \right),$$

где S_{i_1} , S_{i_2} — площади пиков определяемого компонента на хроматограммах градуировочной смеси и исходного хлорбензола соответственно, мм²;

$S_{э1_1}$, $S_{э1_2}$ — площади пиков «внутреннего эталона» на хроматограммах градуировочной смеси и исходного хлорбензола соответственно, мм².

За градуировочный коэффициент для каждого компонента принимают среднее арифметическое результатов всех определений, вычисленных с точностью до второго десятичного знака. Проверку градуировочных коэффициентов проводят при смене сорбента в колонках и изменении условий хроматографического определения».

Пункт 4.6.4 изложить в новой редакции:

«4.6.4. *Обработка результатов*

Массовую долю бензола и каждой примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot m_{э1} \cdot 100}{S_{э1} \cdot m},$$

где S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

$S_{э1}$ — площадь пика «внутреннего эталона» мм²;

K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

$m_{э1}$ — масса навески «внутреннего эталона», г;

m — масса навески хлорбензола, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное при определении бензола 0,004 и 0,007 %, суммы органических примесей 0,02 и 0,06 % для продуктов высшего и первого сортов соответственно.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа бензола $\pm 0,005$ % для продукта высшего сорта и $\pm 0,002$ % для продукта 1-го сорта при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Продолжение см. с. 45)

Массовую долю хлорбензола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - (\Sigma X_i + X_1),$$

где X_i — сумма массовых долей всех определяемых примесей, %;

X_1 — массовая доля воды, определяемая по п. 4.5, %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа хлорбензола $\pm 0,03$ % для продукта высшего сорта и $\pm 0,09$ % для продукта 1-го сорта при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 4.7 изложить в новой редакции:

«4.7. Определение рН водной вытяжки

4.7.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Иономер или рН-метр любого типа с погрешностью измерения не более 0,1 единицы рН с комплектом стеклянного электрода и электрода сравнения.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—87.

4.7.2. *Проведение анализа*

10 см³ анализируемого продукта помещают в делительную воронку, добавляют 100 см³ воды и встряхивают в течение 2 мин.

После разделения слоев отбирают 20—30 см³ из верхнего слоя и помещают в стакан вместимостью 50 см³. Электроды, предварительно промытые водой, ополаскивают анализируемой пробой, опускают в стакан и измеряют рН в соответствии с инструкцией к прибору.

4.7.3. *Обработка результатов*

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 единицы рН.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,1$ единицы рН при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

(Продолжение см. с. 46)

Пункт 4.8 изложить в новой редакции:

«4.8 Определение массовой доли нелетучего остатка

Массовую долю нелетучего остатка определяют по ГОСТ 27026—86, используя платиновую чашку по ГОСТ 6563—75 или кварцевую чашу по ГОСТ 19908—90, или фарфоровую чашку по ГОСТ 9147—80.

При этом объем анализируемой пробы должен составлять 100 см³.

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

$$X = \frac{m \cdot 100}{\rho \cdot V},$$

где m — масса нелетучего остатка, г;

ρ — плотность хлорбензола при 20 °С, определенная по п. 4.4, г/см³;

V — объем анализируемой пробы, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0004 % для продукта высшего сорта и 0,003 % для продукта первого сорта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет $\pm 0,001$ % для продукта высшего сорта и $\pm 0,002$ % для продукта первого сорта при доверительной вероятности $P=0,95$.

Допускается проводить анализ по ГОСТ 29172—91.

При разногласиях в оценке массовой доли нелетучего остатка определение проводят по ГОСТ 27026—86».

Пункт 5.1. Заменить ссылку: ГОСТ 13950—84 на ГОСТ 13950—91.

(ИУС № 6 1996 г.)