

## Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л21

Изменение № 2 ГОСТ 4—84 Углерод четыреххлористый технический. Технические условия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)

Дата введения 1995—07—01

Вводная часть. Первый абзац после слов «четырёххлористый углерод» дополнить словом: «(тетрахлорметан)»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 153,82».

Раздел 2 изложить в новой редакции:

### «2. Требования безопасности

2.1. Четырёххлористый углерод негорюч, пожаровзрывобезопасен. При контакте с открытым пламенем или раскаленными поверхностями разлагается с выделением фосгена, оксида углерода и хлористого водорода.

2.2. Четырёххлористый углерод — высокоопасное вещество (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005—88), обладает наркотическим действием, поражает центральную нервную систему, печень, почки, оказывает местное раздражающее действие на кожу рук, слизистые оболочки глаз, верхние дыхательные пути, обладает кумулятивными свойствами. В организм человека может поступать ингаляционным путем, через кожу, через органы пищеварения.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) четырёххлористого углерода в воздухе рабочей зоны — 20 мг/м<sup>3</sup>.

2.3. Производственные помещения, в которых проводят работы с четырёххлористым углеродом, должны быть оборудованы общей приточной и местной вытяжной вентиляцией. Оборудование и коммуникации должны быть герметизированы.

(Продолжение см. с. 14)

*(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 4—84)*

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

Раздел 3 дополнить абзацами: «Максимально разовая ПДК в атмосферном воздухе населенных мест — 4,0 мг/м<sup>3</sup>, среднесуточная — 0,7 мг/м<sup>3</sup>. В воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования ориентировочный допустимый уровень (ОДУ) — 0,006 мг/м<sup>3</sup>.

Пролитый четыреххлористый углерод удаляют с помощью песка, а загрязненный песок обезвреживают в соответствии с порядком транспортирования, обезвреживания и захоронения промышленных отходов, утвержденным Минздравом».

Пункт 4.1. Первый абзац. Заменить слова: «по своему качественному составу» на «по своим качественным показателям».

Пункт 5.2. Предпоследний и последний абзацы исключить; дополнить абзацем: «Допускается проводить отбор проб продукта по ГОСТ 29173—91».

Раздел 5 дополнить пунктом 5.2а (после п. 5.2):

«5.2а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

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.

Результаты анализа следует округлять до того десятичного знака, который указан в таблице технических требований».

Пункт 5.4. Заменить обозначение: 1—100 на 1—100—2.

Пункт 5.6. Заменить ссылку: ГОСТ 19908—80 на ГОСТ 19908—90; дополнить абзацами: «Допускается проводить определение по ГОСТ 29172—91.

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

Пункт 5.7.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные 3-го и 4-го классов точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 500 г»;

*(Продолжение см. с. 15)*

второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Секундомер.

Бюретка вместимостью 5 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup>;

дополнить абзацем (после четвертого): «Колба типа Кн исполнения 2 вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82»;

шестой абзац после слова «раствор» дополнить словом: «молярной».

Пункт 5.7.2. Первый абзац. Заменить слова: «записывают в граммах» на «в граммах записывают с точностью».

Пункт 5.7.3. Расчетную формулу изложить в новой редакции:

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,000365 \cdot 100}{m} ;$$

экспликация. Первый, второй абзацы после слов «гидроокиси натрия» дополнить словом: «молярной»;

последний абзац изложить в новой редакции: «0,000365 — масса хлористого водорода, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, г».

Пункт 5.8.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,01, 0,02 и 0,1 см<sup>3</sup> соответственно»;

восьмой абзац после слова «раствор» дополнить словом: «молярной».

Пункт 5.8.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «перемешивают раствор Б» на «перемешивают (раствор Б)».

Пункт 5.9 изложить в новой редакции: «5.9. Определение массовой доли хлорорганических примесей

Массовую долю хлорорганических примесей определяют методом газожидкостной хроматографии на колонке с насадкой I в изотермическом режиме или на колонке с насадкой II в режиме линейного программирования температуры.

#### Определение массовой доли хлорорганических примесей на колонке с насадкой I»

Пункт 5.9.1. Третий абзац изложить в новой редакции:

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

двенадцатый абзац изложить в новой редакции:

«Секундомер»;

четырнадцатый абзац дополнить словами: «или любая другая неподвижная фаза, обеспечивающая разделение и определение массовых долей примесей с погрешностью не более, чем на указанных неподвижных фазах»;

двадцать второй абзац изложить в новой редакции:

«Перхлорэтилен технический»;

двадцать седьмой абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 6265—74.

Пункт 5.9.2.1. В наименовании и по всему тексту заменить слово: «насадка» на «насадка I» (3 раза).

Пункт 5.9.2.2. Чертеж заменить новым:

последний абзац. Заменить слова: «на чертеже» на «на черт. 1».

Пункт 5.9.4. Предпоследний и последний абзацы изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное при определении хлороформа 0,004%, сумм хлорорганических примесей 0,02 и 0,004% для продуктов выс-

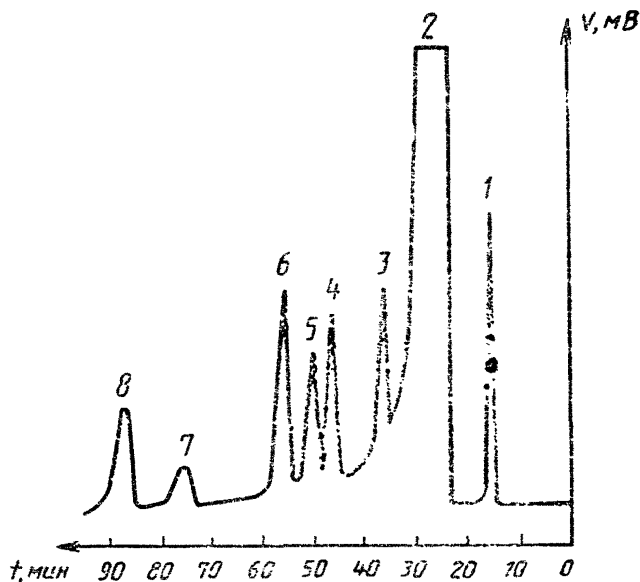
(Продолжение см. с. 16)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 4—84)

шего и первого сортов соответственно (для продукта, содержащего бромтрихлорметан — 0,008 и 0,04 % для высшего и первого сортов соответственно).

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа при определении хлороформа  $\pm 0,003$  %, суммы хлорорганических примесей  $\pm 0,002$  и  $\pm 0,004$  % для продуктов высшего и первого сортов соответственно (для продукта, содержащего бромтрихлорметан,  $\pm 0,006$  и  $\pm 0,03$  % для высшего и первого сортов соответственно) при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

**Типовая хроматограмма искусственной смеси  
четырёххлористого углерода и хлорорганических  
примесей на колонке с насадкой I**



1 — метилхлорид; 2 — четырёххлористый углерод; 3 — хлороформ; 4 — трихлорэтилен; 5 — 1,2-дихлорэтан; 6 — хлористый амил; 7 — бромтрихлорметан; 8 — перхлорэтилен

Черт. 1

Раздел 5 дополнить абзацами и пунктами — 5.9.5—5.9.8:

**«ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ  
ПРИМЕСЕЙ НА КОЛОНКЕ С НАСАДКОЙ II**

На колонке с насадкой II определяют методом газожидкостной хроматографии массовую долю хлорорганических примесей в продукте, не содержащем бромтрихлорметан.

5.9.5. Аппаратура и реактивы — по п. 5.9.1 со следующими дополнениями и изменениями:

(Продолжение см. с. 17)

Колонка газохроматографическая стальная или стеклянная длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм.

Аллил хлористый с массовой долей основного вещества не менее 95 %.

1,1,2-Трихлорэтан технический.

Носитель твердый: хроматон *N-AW* или инертон *AW* с частицами размером 0,16—0,20; 0,20—0,25 или 0,250—0,315 мм.

Фаза жидкая неподвижная: адсорбент органоинеральный цезий-ЦПМ (*Cs-ЦПМ*) и полиэтиленгликоль 1500 для хроматографии.

#### 5.9.6. Подготовка к анализу

##### 5.9.6.1. Приготовление насадки II и заполнение колонки

Твердый носитель отсеивают с помощью металлических сит и отбирают необходимую фракцию.

Взвешивают 9—10 г хроматона *N-AW*, полиэтиленгликоль 1500 и адсорбент *Cs-ЦПМ*, взятые в количестве 3 и 7 % от массы твердого носителя соответственно. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

Адсорбент *Cs-ЦПМ* помещают в стаканчик для взвешивания и добавляют 10—15 см<sup>3</sup> бензола. Полученную суспензию выдерживают в течение 3—5 ч в вытяжном шкафу. Полиэтиленгликоль 1500 растворяют в 10—15 см<sup>3</sup> хлороформа, к полученному раствору приливают суспензию адсорбента в бензоле. Затем смесь при непрерывном перемешивании добавляют к твердому носителю, помещенному в выпарительную чашку и смоченному бензолом. Испарение растворителя, высушивание насадки II и заполнение хроматографической колонки проводят по п. 5.9.2.1.

Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа, не присоединяя к детектору, и продувают ее газом-носителем в течение 2—3 ч, постепенно повышая температуру от комнатной до 145 °С, затем в течение 3—6 ч при 145 °С. После этого колонку присоединяют к детектору.

Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим производят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

##### 5.9.6.2. Режим градуирования и работы хроматографа

Градуирование хроматографа проводят при следующих условиях:

Объемный расход газа-носителя, см <sup>3</sup> /мин	15
Соотношение объемных расходов газа-носителя и воздуха	1:10
Соотношение объемных расходов газа-носителя и водорода	1:1
Начальная температура термостата колонок в момент ввода пробы в испаритель, °С	30
через 8 мин после ввода пробы в испаритель, °С	60
Скорость нагрева термостата колонок, °С/мин	2
Конечная температура термостата колонок, °С	100
Температура испарителя, °С	130
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	240
Шкала записи хроматограмм: А	50·10 <sup>-12</sup>
Ом	4·10 <sup>9</sup>
Объем вводимой пробы, мм <sup>3</sup>	0,8—2,0

Допускается изменять указанные условия (п. 5.9.2.2).

Типовая хроматограмма четыреххлористого углерода приведена на черт. 2.

##### 5.9.6.3. Градуирование хроматографа

Градуирование хроматографа проводят по п. 5.9.2.3. В качестве «внутреннего эталона» используют хлористый аллил или 1,1,2-трихлорэтан.

(Продолжение см. с. 18)

**5.9.7. Проведение анализа**

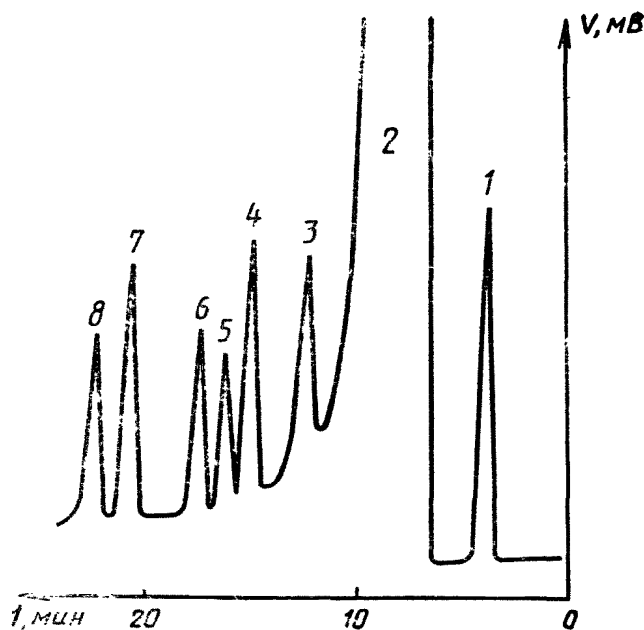
Определение проводят по п. 5.9.3.

**5.9.8. Обработка результатов**

Обработку результатов проводят по п. 5.9.4.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное при определении хлороформа 0,004 %, суммы хлорорганических примесей 0,002 и 0,004 % для продуктов высшего и первого сортов соответственно,

**Типовая хроматограмма искусственной смеси  
четырёххлористого углерода и хлорорганических  
примесей на колонке с насадкой II**



1 — хлористый аллил; 2 — четыреххлористый углерод; 3 — метилхлорид; 4 — трихлорэтилен; 5 — хлороформ; 6 — перхлорэтилен; 7 — 1,2-дихлорэтан; 8 — 1,1,2-трихлорэтан

Черт. 2

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа при определении хлороформа  $\pm 0,003$  %, суммы хлорорганических примесей  $\pm 0,002$  и  $\pm 0,004$  % для продуктов высшего и первого сортов соответственно при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Раздел 6 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 19)

## **«6. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ**

6.1. Технический четыреххлористый углерод заливают в чистые сухие стальные бочки по ГОСТ 17366—80 вместимостью 110 или 275 дм<sup>3</sup>, по ГОСТ 6247—79 вместимостью 100, 200 или 275 дм<sup>3</sup>.

Упаковка четыреххлористого углерода должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319—84.

6.2. Маркировка, характеризующая продукцию, должна содержать следующие данные:

товарный знак и наименование предприятия-изготовителя;

наименование и сорт продукта;

номер партии и дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционного знака «Герметичная упаковка».

Маркировка, характеризующая транспортную опасность груза, — по ГОСТ 19433—88 (классификационный шифр 6112, знак опасности по черт. 6а), серийный номер ООН 1846.

6.3. Технический четыреххлористый углерод транспортируют в крытых транспортных средствах автомобильным, водным и железнодорожным транспортом в бочках и наливом в железнодорожных цистернах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

(Продолжение см. с. 20)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 4—84)

Цистерны и бочки заполняют четыреххлористым углеродом с учетом полной вместимости и объемного расширения продукта при возможном перепаде температур окружающей среды в пути следования.

Наливные люки цистерн и горловина бочек должны быть герметизированы прокладками из фторопласта, паронита или другого материала, стойкого к действию четыреххлористого углерода.

6.4. Технический четыреххлористый углерод в бочках транспортируют в пакетированном виде в соответствии с требованиями ГОСТ 26663—85 на деревянных плоских поддонах по ГОСТ 9557—87.

6.5. Технический четыреххлористый углерод хранят в упаковке изготовителя в неотапливаемом складском помещении или под навесом или в герметичных стальных резервуарах.

Пункт 7.2 изложить в новой редакции: «7.2. Гарантийный срок хранения четыреххлористого углерода — три месяца со дня изготовления; при хранении продукта в резервуарах из стали 12X18H10T (ГОСТ 5632—72) — один год со дня изготовления».

(ИУС № 2 1995 г.)