

Изменение № 1 ГОСТ 4—84 Углерод четыреххлористый технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 18.12.89 № 3772

Дата введения 01.07.90

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на технический четыреххлористый углерод, применяемый для производства хладоагентов, в качестве растворителя и для обезжиривания.

Формула CCl_4 .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 153,82».

Пункт 12. Таблицу 1 изложить в новой редакции; примечание исключить:

(Продолжение см. с. 212)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4—84)

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Норма	
	Высший сорт ОКП 24 1214 0220	Первый сорт ОКП 24 1214 0230
1. Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость без механических примесей	
2. Плотность при 20 °С, г/см ³	1,593—1,597	
3. Массовая доля воды, %, не более	0,0025	0,0050
4. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,0006	0,0020
5. Массовая доля кислот в пересчете на HCl, %, не более	0,0001	0,0010
6. Суммарное содержание свободного хлора и фосгена	Выдерживает испытание по п. 5.8	

(Продолжение см. с. 213)

Наименование показателя	Норма	
	Высший сорт ОКП 24 1214 0220	Первый сорт ОКП 24 1214 0230
7. Массовая доля хлорорганических примесей, %, не более в том числе хлороформа	0,02 —	0,10 0,04

Пункт 2.1. Заменить ссылку: ГОСТ 12.1.005—76 на ГОСТ 12.1.005—88.

Пункт 2.2. Последний абзац исключить:

Пункт 2.4 изложить в новой редакции: «2.4. Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой и средствами индивидуальной защиты (резиновые сапоги, перчатки, защитные очки, противогаз ФУ-1 или ФУ-2 по ГОСТ 12.4.034—85 с коробками марки А или БКФ по ГОСТ 12.4.122—83)».

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3. Охрана природы

Защиту окружающей среды при изготовлении, транспортировании и хранении четыреххлористого углерода обеспечивают герметизацией оборудования и тары.

Газовые выбросы на месте производства должны отсутствовать.

Отходы производства четыреххлористого углерода утилизируют и обезвреживают: абгазные хлор и хлористый водород используют в производстве хлорированных углеводородов; жидкие хлорорганические продукты подвергают термическому обезвреживанию; технологические сточные воды отпаривают от органических примесей и направляют в коллектор щелочных стоков предприятия».

Пункт 4.1. Первый абзац. Исключить слова: «выработанного за одни сутки»; второй абзац изложить в новой редакции: «товарный знак и (или) наименование предприятия-изготовителя»;

седьмой абзац дополнить словами: «и (или) подтверждение соответствия продукта требованиям настоящего стандарта».

Пункт 4.2 дополнить абзацами: «Допускается у изготовителя производить отбор проб из емкостей-хранилищ товарного продукта.

Массовую долю нелетучего остатка изготовитель определяет периодически не реже одного раза в квартал, суммарное содержание свободного хлора и фосгена — только в продукте, предназначенном для применения в медицинской промышленности».

Пункт 4.3. дополнить абзацем (после первого): «При получении неудовлетворительных результатов анализа при периодических испытаниях изготовитель проверяет каждую партию до получения удовлетворительных результатов не менее чем в трех партиях подряд».

Пункт 5.1 дополнить абзацем (после второго). «Из емкости-хранилища пробы отбирают по ГОСТ 2517—85. Допускается отбирать одну пробу с любого уровня (верхнего, среднего или нижнего) или с линии розлива»;

третий абзац после слов «из цистерн» дополнить словами: «и емкостей-хранилищ»; заменить ссылку: ГОСТ 2517—80 на ГОСТ 2517—85.

Пункт 5.2 дополнить абзацем:

«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».

Пункт 5.3 исключить.

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.4а (после п. 5.4).

«5.4а. Определение плотности

Плотность продукта определяют по ГОСТ 18995.1—73. При разногласиях в оценке плотности определение производят пикнометром».

(Продолжение см. с. 214)

Пункты 5.5—5.7.3 изложить в новой редакции:

«5.5. Определение массовой доли воды

Массовую долю воды определяют методом Фишера по ГОСТ 14870—77 электрометрическим титрованием или по ГОСТ 24614—81.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли воды определение проводят по ГОСТ 14870—77.

5.6. Определение массовой доли нелетучего остатка

Массовую долю нелетучего остатка определяют по ГОСТ 27026—86. При этом 320 г (200 см³) продукта выпаривают в платиновой (ГОСТ 6563—75) или кварцевой (ГОСТ 19908—80) чашке.

5.7. Определение массовой доли кислот в пересчете на HCl

5.7.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью $\pm 1,5000$ мг.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Бюретка по ГОСТ 20292—74 вместимостью 5 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50 см³.

Посуда лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,01$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Индикатор метиловый красный (или бромкрезоловый зеленый), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—87.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

5.7.2. Проведение анализа

В делительную воронку вместимостью 250 см³ помещают 160 г (100 см³) четыреххлористого углерода (результаты взвешиваний записывают в граммах до второго десятичного знака), прибавляют 40 см³ воды и встряхивают в течение 1 мин.

После расслоения фаз водный слой количественно переносят в коническую колбу, прибавляют 3—4 капли раствора метилового красного (или бромкрезолового зеленого) и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода розовой окраски раствора в желтую (или желтой в голубую). Одновременно в тех же условиях проводят контрольное титрование 40 см³ воды.

5.7.3. Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на HCl (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 36,5 \cdot 0,01}{m \cdot 1000} \cdot 100,$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на контрольное титрование, см³;

m — масса анализируемой пробы, г;

36,5 — молярная масса эквивалента соляной кислоты, г/моль.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00002 % для продукта высшего сорта и 0,0001 % для продукта первого сорта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,00002$ % для продукта высшего сорта и $\pm 0,0001$ % для продукта первого сорта при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Пункт 5.8.1. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

(Продолжение см. с. 215)

девятым абзац. Заменить слова: «*N*, *N*-диметил-*p*-фенилендиамид» на «*N*, *N*-диметил-*p*-фенилендиамин».

Пункт 5.8.3. Первый абзац. Заменить слова: «*N*, *N*-диметил-*p*-фенилендиамид» на «*N*, *N*-диметил-*p*-фенилендиамин».

Пункты 5.9—5.9.5 изложить в новой редакции:

«5.9. Определение массовой доли хлорорганических примесей

Массовую долю хлорорганических примесей определяют методом газожидкостной хроматографии.

5.9.1. *Аппаратура и реактивы*

Хроматограф газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

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

Весы лабораторные общего назначения с наибольшими пределами взвешивания 200 г и 500 г и с погрешностью $\pm 0,7500$ мг и $\pm 1,5000$ мг соответственно.

Микрошприц МШ-10.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75.

Лупа типа ЛП по ГОСТ 25706—83 с ценой деления 0,1 мм.

Накаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева не менее 60 °С.

Посуда лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147—80 № 4 или № 5.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры (60 ± 5) °С.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Цветохром III КМ, цветохром I КМ или другой инертный носитель, позволяющий достигнуть требуемого разделения, с частицами размером 0,16—0,20 мм; 0,20—0,25 мм; 0,250—0,315 мм.

Трифенилфосфат или трикрезилфосфат по ГОСТ 5728—76.

Газ-носитель: азот газообразный по ГОСТ 9293—74 или гелий газообразный.

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

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Углерод четыреххлористый хроматографически чистый.

Метилен хлористый технический по ГОСТ 9968—86.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88.

Трихлорэтилен технический по ГОСТ 9976—83.

Тетрахлорэтилен с массовой долей основного вещества не менее 95 %.

1,2-Дихлорэтан технический по ГОСТ 1942—86.

Бромтрихлорметан с массовой долей основного вещества не менее 95 %.

Амил хлористый для хроматографии.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Эфир этиловый технический по ГОСТ 6265—74.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

5.9.2. *Подготовка к анализу*

5.9.2.1. *Приготовление насадки и заполнение колонки*

Неподвижную фазу наносят на твердый носитель следующим образом: трифенилфосфат или трикрезилфосфат, взятые в количестве 20 % от массы твердого носителя, взвешивают по разности (результаты взвешиваний в граммах записывают до второго десятичного знака) и растворяют в ацетоне. Приготовленный раствор при непрерывном перемешивании приливают к твердому носителю, помещенному в фарфоровую чашку. Количество раствора должно быть таким, чтобы твердый носитель был полностью смочен раствором. Выпарительную чашку помещают на водяную баню и, непрерывно перемешивая ее содержимое, ис-

(Продолжение см. с. 216)

паряют растворитель Насадку досушивают в сушильном шкафу при температуре 60°C в течение 0,5—1,0 ч

Хроматографическую колонку последовательно промывают бензолом, хлористым метиленом, этиловым спиртом, ацетоном и сушат сжатым воздухом

Чистую хроматографическую колонку заполняют насадкой небольшими порциями, уплотняя ее с помощью вибратора (или постукиванием) и водоструйного насоса Концы заполненной колонки закрывают стеклотканью или стекловатой Заполненную колонку устанавливают в термостат прибора и, не присоединяя к детектору, продувают газом носителем в течение 6—8 ч, постепенно повышая температуру от 20 до 120°C, затем в течение 8—10 ч при 120°C После этого колонку присоединяют к детектору

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

59 22 Режим градуирования и работы хроматографа

Хроматографический анализ и градуирование прибора проводят при следующих условиях

Объемный расход газа носителя, см ³ /мин	30
Соотношение объемных расходов газа носителя и воздуха	1 10
Соотношение объемных расходов газа-носителя и водорода	1 1
Температура термостата колонок, °C	60
Температура испарителя, °C	130
Скорость диаграммной ленты, мм/ч	60
Шкала записи хроматограммы А	50 · 10 ⁻¹²
Ом	2 · 10 ⁹
Объем вводимой пробы, мм ³	0,2—3,0

В зависимости от модели применяемого хроматографа в условия градуирования и работы прибора могут быть внесены некоторые изменения с целью достижения полного разделения примесей и определения их с погрешностью, указанной в настоящем стандарте. Типовая хроматограмма четыреххлористого углерода приведена на чертеже

59 23 Градуирование хроматографа

Массовую долю хлорорганических примесей в четыреххлористом углероде определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов В качестве «внутреннего эталона» используют хлористый амил.

Градуирование хроматографа осуществляют весовым методом по 4—5 искусственным градуировочным смесям, содержащим в пределах рабочих концентраций определяемые примеси и «внутренний эталон»

Искусственные смеси готовят следующим образом 8—10 г хроматографически чистого четыреххлористого углерода взвешивают в сухом стеклянном сосуде вместимостью 15—20 см³, закрытом эластичной, устойчивой к действию агрессивных сред прокладкой (например, силиконовой резиной) Если сосуд не имеет навинчивающейся крышки, прокладку закрепляют с помощью зажимного устройства любого типа

Микрошприцем к четыреххлористому углероду добавляют по 0,05—0,10 г примеси и «внутреннего эталона» (смесь 1)

Снова взвешивают 8—10 г хроматографически чистого четыреххлористого углерода и добавляют в него 0,05—0,10 г смеси 1 (смесь 2). Результаты всех взвешиваний при приготовлении градуировочных смесей в граммах записывают до четвертого десятичного знака

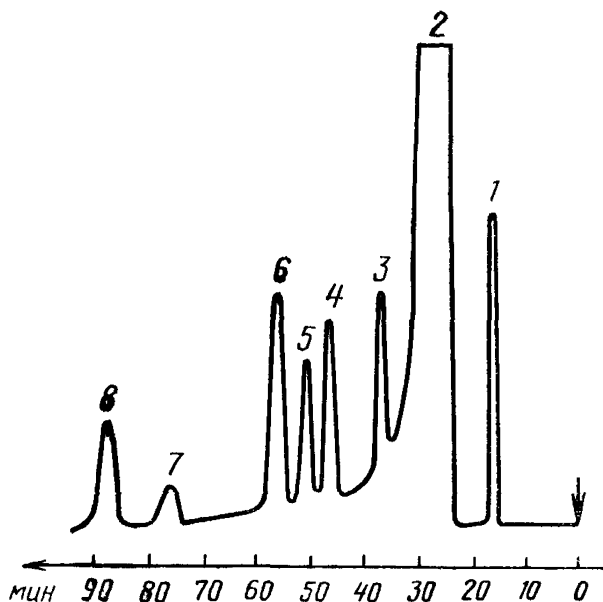
Суммарная относительная погрешность приготовления градуировочных смесей $\pm 2\%$

Допускается приготовление градуировочных смесей другими приемами и способами обеспечивающими указанную погрешность

После тщательного перемешивания 0,2—3,0 мм³ каждой из приготовленных смесей микрошприцем вводят в испаритель хроматографа не менее пяти раз.

(Продолжение см. с. 217)

**Типовая хроматограмма искусственной смеси
четырёххлористого углерода и
хлорорганических примесей**



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

Микрошприц после каждого определения промывают этиловым спиртом, а затем эфиром.

Градуировочный коэффициент K_i вычисляют по формуле

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

где $S_{\text{эт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм²,

m_i — масса навески определяемой примеси, г;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²,

$m_{\text{эт}}$ — масса навески «внутреннего эталона», г.

Площадь пика определяют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты, с учетом масштаба записи.

За градуировочный коэффициент для каждой примеси принимают среднее арифметическое результатов всех определений.

Результаты записывают до второго десятичного знака.

Проверку градуировочных коэффициентов проводят после каждой смены насадок в колонке и изменения условий хроматографического определения.

5.9.3. Проведение анализа

8—10 г анализируемого продукта взвешивают в стеклянном сосуде, закрытом эластичной прокладкой, устойчивой к действию агрессивных сред. Микрошприцем добавляют к анализируемому продукту 0,05—0,10 г «внутреннего эталона» — (смесь 1).

Затем снова взвешивают 8—10 г четыреххлористого углерода и к нему микрошприцем добавляют 0,05—0,10 г смеси 1 — (смесь 2). Результаты всех взвешиваний в граммах записывают до четвертого десятичного знака

(Продолжение см. с. 218)

Смесь 2 тщательно перемешивают, микрошприцем отбирают необходимое количество анализируемого продукта и вводят в испаритель хроматографа.

5.9.4. Обработка результатов

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

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

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

$m_{эт}$ — масса навески «внутреннего эталона» в смеси 2, г;

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

m — масса навески четыреххлористого углерода в смеси 2, взятой для анализа, г.

Массовую долю хлорорганических примесей в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \sum X_i,$$

где X_i — массовая доля каждой примеси, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002 % для продукта высшего сорта, 0,004 % для продукта первого сорта (для продукта, содержащего бромтрихлорметан: для высшего сорта — 0,008 %, для первого сорта — 0,04 %).

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,002$ % для продукта высшего сорта, $\pm 0,004$ % для продукта первого сорта (для продукта, содержащего бромтрихлорметан: для высшего сорта $\pm 0,006$ %, для первого сорта $\pm 0,03$ %) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Пункт 6.1 дополнить абзацем: «Упаковка четыреххлористого углерода должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319—84».

Пункт 6.6. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционного знака «Бойтесь сырости», знака опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6а), классификационного шифра 6112, серийного номера ООН 1846».

Пункт 6.7 дополнить абзацем (после первого):

«товарный знак и наименование предприятия-изготовителя».

Пункт 6.8. Исключить слова: «или мелкими отправлениями»;

второй абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 21929—76 на ГОСТ 26663—85;

после слов «лентой по ГОСТ 21650—76» изложить в новой редакции: «Масса транспортного пакета должна соответствовать требованиям ГОСТ 24597—81»; заменить ссылку: ГОСТ 9557—79 на ГОСТ 9557—87.

(ИУС № 3 1990 г.)