661.7.062 *Издание официальное*

СССР

Государственный комитет стандартов мер и измерительных приборов СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГЛЕРОД ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Technical tetrachlorated carbon

ГОСТ 4—65

Взамен ГОСТ 4—40

Группа Л25

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1. Четыреххлористый углерод (CCl_4) по физико-химическим показателям должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Показатели	Нормы для марок	
	А	Б
1. Внешний вид и цвет	Прозрачная бесцветная жидкость без осадка и взвешенных частиц	Прозрачная жидкость без осадка и взвешенных частиц
2. Плотность ρ при температуре 20°С в *г/см*³	1,593—1,596	1,591—1,597
3. Температурные пределы перегонки при давлении 760 *мм рт. ст.*, в которых должно отгоняться 96% четыреххлористого углерода по объему, в °С	76,2—77,2	75,5—77,5
4. Содержание влаги в %, не более	0,006	Не допускается нерастворимая влага
5. Содержание нелетучего остатка в %, не более	0,006	0,05
6. Содержание сероуглерода (CS_2) в %, не более	0,04	0,6
7. Содержание свободного хлора	Должен выдерживать испытание по п. 11	
8. Реакция среды	Должен выдерживать испытание по п. 12	
9. Проба с серной кислотой	Должен выдерживать испытание по п. 13	

2. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-поставщика. Поставщик должен га-

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Цена 3 коп.

Внесен Государственным комитетом химической и нефтяной промышленности при Госплане СССР

Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 12/I 1965 г.

Срок введения 1/VII 1965 г.

рантировать соответствие выпускаемого четыреххлористого углерода требованиям настоящего стандарта.

II. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3. Для контрольной проверки качества четыреххлористого углерода, а также соответствия тары, упаковки и маркировки требованиям настоящего стандарта потребитель должен применять правила отбора проб по ГОСТ 2517—60 и методы испытаний, указанные ниже.

4. Четыреххлористый углерод должен поставляться партиями. В партию должен включаться четыреххлористый углерод, однородный по своим качественным показателям, одновременно отправляемый в один адрес в любом количестве.

При поставке четыреххлористого углерода в железнодорожных цистернах каждую цистерну считают партией.

5. Контрольные пробы отбирают от 10% бочек или бутылей каждой партии и от каждой цистерны.

Общее количество отобранной пробы должно быть не менее 500 *мл*.

6. Внешний вид и цвет четыреххлористого углерода определяют по ГОСТ 2706—63.

7. Плотность четыреххлористого углерода и температурные пределы кипения определяют по ГОСТ 9884—61.

8. Содержание влаги определяют путем прямого визуального титрования четыреххлористого углерода в среде сухого метанола.

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804—62.

Йод по ГОСТ 4159—64.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Спирт метиловый (метанол) по ГОСТ 6995—54, «х. ч.» или чистый абсолютированный с содержанием влаги не более 0,05%. Абсолютирование метилового спирта производят следующим образом: в круглодонную колбу вместимостью 1,5—2 *л*, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, помещают 5 *г* чистого сухого магния в стружках, предварительно мелко нарезанного, 0,5 *г* йода и вливают через обратный холодильник 60—70 *мл* метилового спирта. Смесь нагревают на водяной бане, при этом энергично выделяется водород; если водород выделяется слабо, прибавляют еще 0,5 *г* йода. Смесь нагревают до тех пор, пока весь магний не превратится в метилат магния (при этом на стенках выделяется белая соль).

К смеси приливают 900 *мл* метилового спирта и кипятят ее в течение 60 *мин*, затем колбу охлаждают, заменяют обратный холодильник нисходящим и перегоняют спирт. Если спирт получился недостаточно сухой (содержание влаги больше чем 0,05%), то абсолютирование спирта повторяют.

Реактив Фишера; готовят смешением стандартных реактивов № 1 и 2.

Титр приготовленного реактива устанавливают титрованием навески воды (1—2 капли, взятой с точностью до 0,0002 *г*) до устойчивой в течение 10 *сек* красновато-коричневой окраски йода, пока буроватый цвет йода не перестанет исчезать.

Титр реактива Фишера по воде (T) вычисляют по формуле:

$$T = \frac{G}{V},$$

где:

G — навеска воды, взятая для титрования, в *г*;

V — объем раствора реактива Фишера, пошедший на титрование, в *мл*.

Значение титра берут среднее из нескольких определений, разность между которыми должна быть не более 0,0001—0,0002. Необходимо строго следить за тем, чтобы не было контакта между реактивом и атмосферной влагой.

б) *Проведение испытания*

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 100—150 *мл* берут пипеткой 10 *мл* сухого метанола и оттитровывают в нем влагу реактивом Фишера до устойчивой красновато-коричневой окраски йода в течение 10 *сек*. Затем в колбу вносят около 20 *г* четыреххлористого углерода, взвешенного с точностью до 0,0002 *г*, и таким же образом титруют до той же окраски йода.

Содержание влаги в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора реактива Фишера, пошедший на титрование навески четыреххлористого углерода в оттитрованном метаноле, в *мл*;

G — навеска испытуемого четыреххлористого углерода в *г*;

T — титр раствора реактива Фишера в *г/мл*.

9. Определение содержания нелетучего остатка. 20 *мл* четыреххлористого углерода, отмеренного с точностью до 0,1 *мл*, помещают в предварительно высушенную и взвешенную с точностью до 0,0002 *г* кварцевую или фарфоровую чашку и выпаривают досуха на водяной бане, не допуская кипения продукта.

Остаток сушат в сушильном шкафу при температуре 105—110°С в течение 2 *ч*, затем охлаждают и взвешивают с точностью до 0,0002 *г*.

Содержание нелетучего остатка в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{G - G_1}{V\varrho} \cdot 100,$$

где:

G — вес чашки с нелетучим остатком в *г*;

G_1 — вес пустой чашки в *г*;

ϱ — плотность испытуемого четыреххлористого углерода, определенная по п. 7, в *г/см*^{3};

V — количество четыреххлористого углерода, взятое для испытания, в *мл*.

10. Определение содержания сероуглерода

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Натр едкий по ГОСТ 4328—48, 10%-ный спиртовой раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, 20%-ный раствор.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—48.

Йод металлический по ГОСТ 4159—64, 0,1 н раствор.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—62, 1%-ный раствор, свежеприготовленный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Колба коническая по ГОСТ 6514—63.

б) *Проведение испытания*

В коническую колбу вместимостью 150—200 *мл* помещают 25 *мл* спиртового раствора едкого натра, закрывают пробкой и взвешивают с точностью до 0,01 *г*, затем прибавляют 15 *мл* испытуемого четыреххлористого углерода, взвешивают вторично и определяют навеску четыреххлористого углерода. Прибавляют несколько капель фенолфталеина, приливают раствор уксусной кислоты до исчезновения окраски (до слабокислой реакции). После этого раствор охлаждают, прибав-

ляют около 10 *г* двууглекислого натрия и полученную молочно-мутную жидкость титруют из микробюретки раствором йода в присутствии крахмала.

Содержание сероуглерода в процентах (X_2) вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{V \cdot 0{,}0076 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,1 н раствора йода, пошедший на титрование, в *мл*;

0,0076 — количество сероуглерода, соответствующее 1 *мл* точно 0,1 н раствора йода, в *г*;

G — навеска испытуемого продукта в *г*.

11. Определение содержания свободного хлора

а) *Применяемые реактивы и посуда*

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—62, 1%-ный раствор, свежеприготовленный.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—48, 1%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Воронка делительная по ГОСТ 8613—64.

Пипетка по ГОСТ 1770—64.

Пробирка по ГОСТ 10515—63.

б) *Проведение испытания*

20 *мл* четыреххлористого углерода помещают в делительную воронку, добавляют 50 *мл* воды, энергично взбалтывают в течение 3 *мин*, отбирают пипеткой 20 *мл* полученной водной вытяжки и переносят ее в пробирку.

В другой пробирке готовят раствор из 1 *мл* раствора йодистого калия и 0,5 *мл* раствора крахмала и смесь энергично взбалтывают. Четыреххлористый углерод считают соответствующим стандарту, если при смешении содержимого обеих пробирок не будет наблюдаться синее окрашивание раствора.

12. Определение реакции среды

а) *Применяемые реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор.

Метиловый оранжевый, 0,1%-ный водный раствор; готовят по ГОСТ 4919—49.

Воронка делительная по ГОСТ 8613—64.

б) *Проведение испытания*

15 *мл* четыреххлористого углерода помещают в делительную воронку, прибавляют 40 *мл* воды, содержимое взбалтывают в течение 3—5 *мин* и оставляют в покое до разделения слоев. После отстаивания водного слоя его сливают в два стакана. Водную вытяжку в одном стакане испытывают на щелочную реакцию раствором фенолфталеина, в другом—на кислую реакцию раствором метилового оранжевого. Продукт считают соответствующим стандарту, если проба с фенолфталеином не будет иметь розового окрашивания, а с метиловым оранжевым—красного.

13. Проба с серной кислотой. 20 *мл* четыреххлористого углерода взбалтывают в течение 5 *мин* с 5 *мл* «х. ч.» серной кислоты (ГОСТ 4204—48) в цилиндре с притертой пробкой, предварительно вымытом той же серной кислотой.

Продукт считают соответствующим стандарту, если после расслоения слой серной кислоты остается бесцветным.

III. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

14. Четыреххлористый углерод упаковывают в чистые сухие герметичные железнодорожные цистерны, стальные бочки с толщиной стенок 2—4 *мм* вместимостью 100—250 *л* и в стеклянные бутыли. Каждая тара должна быть заполнена продуктом не более чем на 90±3% ее вместимости.

15. Бутыль с четыреххлористым углеродом должна быть помещена в обрешетку или корзину и уплотнена древесной стружкой.

16. Загрузочное отверстие (люк) цистерн с четыреххлористым углеродом герметично закрывают крышкой с паранитовой прокладкой, наливное отверстие стальных бочек — пробкой с паранитовой прокладкой. Горловину бутыли закрывают пробкой, покрывают тканью и обвязывают шпагатом. Цистерны, бочки и бутыли с продуктом должны быть опломбированы пломбой поставщика.

17. На боковой поверхности цистерн, бочек и бутылей с четыреххлористым углеродом должна быть сделана надпись «Яд!».

18. На днищах бочек с продуктом через трафарет несмываемой краской наносят маркировку с указанием:

а) наименования предприятия-поставщика;

б) наименования продукта и его марки;

в) номера партии и номера бочки;

г) даты изготовления;

д) веса брутто и нетто;

е) номера настоящего стандарта.

К загрузочному отверстию (люку) цистерны и к горловине каждой бутыли с продуктом прикрепляют прочную (фанерную или картонную) бирку с вышеуказанными данными. На цистернах, кроме бирки, наносят маркировку с указанием наименования продукта и веса нетто.

19. Четыреххлористый углерод, упакованный в бочки и бутыли, транспортируют в крытых железнодорожных вагонах, автомашинах и закрытых трюмах.

20. Каждая поставляемая партия четыреххлористого углерода должна сопровождаться документом, удостоверяющим его качество, который должен содержать:

а) наименование организации, в систему которой входит предприятие-поставщик;

б) наименование предприятия-поставщика, его местонахождение или условный адрес;

в) наименование продукта;

г) дату изготовления;

д) номер партии, количество мест в партии;

е) вес брутто и нетто;

ж) результаты проведенных испытаний или подтверждение о соответствии партии четыреххлористого углерода требованиям настоящего стандарта;

з) номер настоящего стандарта.

21. Четыреххлористый углерод должен храниться в крытых складских неотапливаемых помещениях, защищенных от воздействия прямых солнечных лучей и влаги.

Изд-во стандартов. Сдано в наб. 21/I 1965 г. Подп. в печ. 3/II 1965 г. 0,5 п. л.

Тир. 9000. Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 201