

С С С Р	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 4—65
Государственный комитет стандартов мер и измерительных приборов СССР	УГЛЕРОД ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ Technical tetrachlorated carbon	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.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Цена 3 коп.

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 $20^\circ C$ в g/cm^3	1,593—1,596	1,591—1,597
3. Температурные пределы перегонки при давлении 760 $mm\ rt. st.$, в которых должно отгоняться 96% четыреххлористого углерода по объему, в $^\circ C$	76,2—77,2	75,5—77,5
4. Содержание влаги в %, не более	0,006	Не допускается нерастворимая влага
5. Содержание пелетучего 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. 14	
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-

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.
---	---	--------------------------------

рантиrovать 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 отобранный 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 реагенты 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 абсолютизованный с содержанием влаги не более 0,05%. Абсолютизование 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 стенах 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 абсолютизование 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 липеткой 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 высушеннюю 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°C в течение 2 ч, затем охлаждают и взвешивают с точностью до 0,0002 г.

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

$$X_1 = \frac{G - G_1}{V_0} \cdot 100,$$

где:

G — вес чашки с нелетучим остатком в г;

G_1 — вес пустой чашки в г;

q — плотность испытуемого четыреххлористого углерода, определенная по п. 7, в g/cm^3 ;

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

10. Определение содержания сероуглерода

а) Применяемые реагенты 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.

Иод 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 вновь 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 реагенты 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 реагенты, 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 $90 \pm 3\%$ 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:

- наименования предприятия-поставщика;
- 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 (файнерную 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.