

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/м³.

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/м³, среднесуточная — 0,7 мг/м³. В воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования ориентировочный допустимый уровень (ОДУ) — 0,006 мг/м³.

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 см³ с ценой деления 0,02 см³;

дополнить абзацем (после четвертого): «Колба типа Кн исполнения 2 вместимостью 250 см³ 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 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,01 моль/дм³, г».

Пункт 5.8.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 см³ с ценой деления 0,01, 0,02 и 0,1 см³ 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:

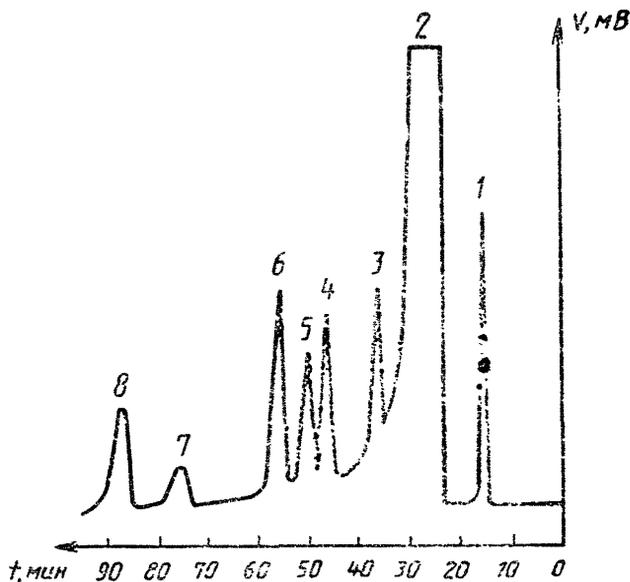
последний абзац. Заменить слова: «на чертеже» на «на черт. 1».

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-

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 см³ бензола. Полученную суспензию выдерживают в течение 3—5 ч в вытяжном шкафу. Полиэтиленгликоль 1500 растворяют в 10—15 см³ 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 ³ /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 ⁻¹²
Ом	4·10 ⁹
Объем вводимой пробы, мм ³	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

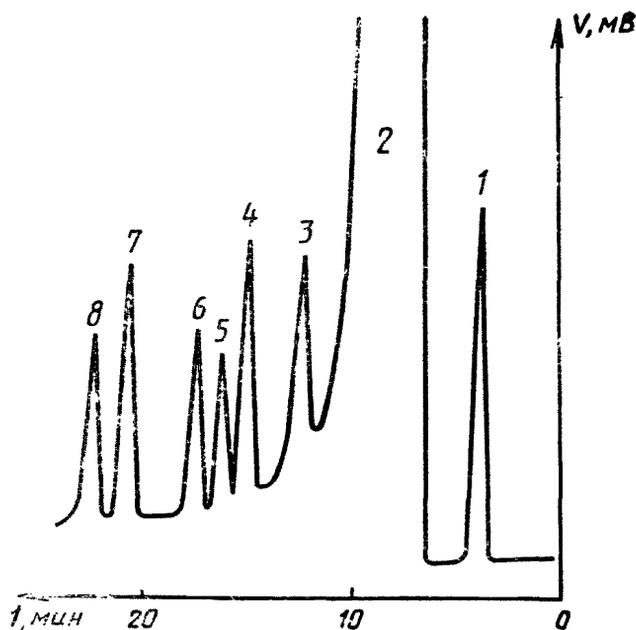
Определение проводят по п. 5.9.3.

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 дм³, по ГОСТ 6247—79 вместимостью 100, 200 или 275 дм³.

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.)