

**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 изменений к ГОСТ 4—84)

Т а б л и ц а 1

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

(Продолжение см. с. 213)

| Наименование показателя                                                        | Норма                           |                                 |
|--------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
|                                                                                | Высший сорт<br>ОКП 24 1214 0220 | Первый сорт<br>ОКП 24 1214 0230 |
| 7. Массовая доля хлорорганических примесей, %, не более в том числе хлороформа | 0,02<br>—                       | 0,10<br>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 см<sup>3</sup>) 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 см<sup>3</sup>.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Посуда лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации  $c(\text{NaOH}) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup> 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 ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

5.7.2 *Проведение анализа*

В делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 160 г (100 см<sup>3</sup>) четыреххлористого углерода (результаты взвешиваний записывают в граммах до второго десятичного знака), прибавляют 40 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на контрольное титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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-*n*-фенилендиамид» на «*N*, *N*-диметил-*n*-фенилендиамин».

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

Луна типа ЛИ по ГОСТ 25706—83 с ценой деления 0,1 мм.

Шкаф 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  $(60 \pm 5)$  °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 %.

Амид 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 °С в течение 0,5—1,0 ч

Хроматографическую колонку последовательно промывают бензолом, хлористым метиленом, этиловым спиртом, уксусной кислотой 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 °С, затем в течение 8—10 ч при 120 °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 2 2 Режим градуирования и работы хроматографа

Хроматографический анализ и градуирование прибора проводят при следующих условиях

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

#### 5 9 2 3 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 см<sup>3</sup>, 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

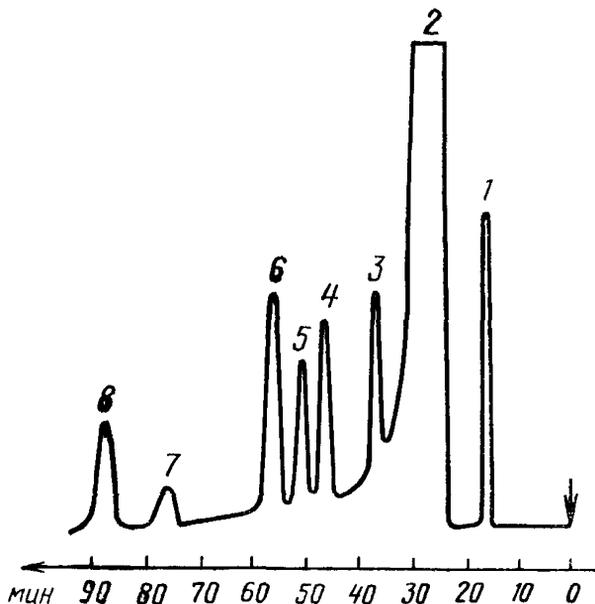
Суммарная относительная погрешность приготовления градуировочных смесей  $\pm 2\%$

Допускается приготовление градуировочных смесей другими приемами и способами обеспечивающими указанную погрешность

После тщательного перемешивания 0,2—3,0 мм<sup>3</sup> каждой из приготовленных смесей микрошприцем вводят в испаритель хроматографа не менее пяти раз.

(Продолжение см. с. 217)

Типовая хроматограмма искусственной смеси  
четыреххлористого углерода и  
хлорорганических примесей



1 — метиленхлорид; 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», мм<sup>2</sup>,

$m_i$  — масса навески определяемой примеси, г;

$S_i$  — площадь пика определяемой примеси, мм<sup>2</sup>,

$m_{\text{эт}}$  — 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 насадки 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, мм<sup>2</sup>;

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

$S_{эт}$  — площадь пика «внутреннего эталона», мм<sup>2</sup>;

$m$  — 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 допустимое 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 «Бойтся 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.)