

СССР

Всесоюзный
Комитет Стандартов
при
Совнархозе СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 4—40

УГЛЕРОД ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЙ

Взамен ОСТ 4578

Химическая
промышленность Л19

I. Определение

1. Четыреххлористый углерод представляет собой производное метана, у которого все водородные атомы замещены хлором.

II. Технические условия

2. Удельный вес при $20^{\circ}/20^{\circ}\text{C}$ —не менее 1,590.
3. При нагревании в пределах $75\text{—}78^{\circ}\text{C}$ и давлении 760 мм должно перегоняться не менее 96%.
4. Свободный хлор должен отсутствовать.
5. Содержание сероуглерода—не более 1%.
6. Количество нелетучего остатка—не более 0,2%.
7. Продукт должен быть прозрачным.

III. Правила приемки

8. При отгрузке четыреххлористого углерода в цистернах из каждой цистерны отбирают пробу в трех разных по высоте местах: вблизи дна, в середине и вблизи поверхности жидкости. При отгрузке в бочках и бутылках от каждой партии, подлежащей отправке, отбирают 10% бочек или бутылей, но не менее трех.

9. Пробы из отобранных бочек берут через наливное отверстие в трех разных по высоте местах: около дна, в середине и сверху. Отбор проб производят стеклянной трубкой. Отобранные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и разливают в две сухие, чистые полулитровые склянки с притертыми стеклянными пробками. Склянки перед наполнением споласкивают четыреххлористым углеродом из отобранной пробы.

10. Склянки опечатывают печатью ОТК завода-отправителя. На склянки наклеивают ярлык, на котором отмечают: название продукта, номер цистерны или номер бочки, из которой взята проба, номер партии и дату отбора проб. Одну склянку передают для анализа в заводскую лабораторию, а другую хранят на складе в течение трех месяцев со дня отбора пробы на случай арбитражного анализа.

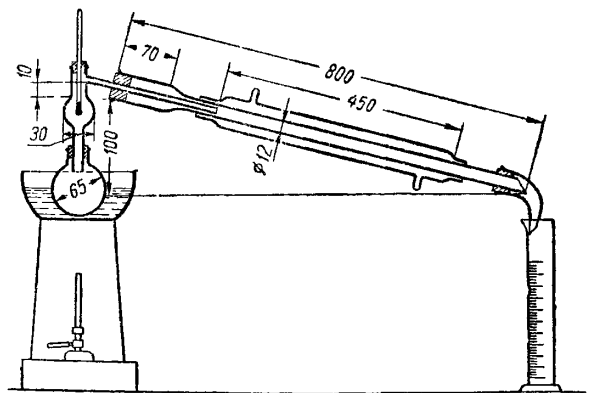
11. Лабораторию для арбитражного анализа выбирают по соглашению сторон.

IV. Методы испытания

12. Доставленную в лабораторию склянку освобождают от печати и содержимое тщательно взбалтывают путем встряхивания склянки. После того как пузырьки воздуха совершенно исчезли, отбирают пробы для анализа. Взбалтывание повторяют перед каждым взятием пробы.

13. Определение удельного веса производят при температуре 20°C с помощью весов Вестфали или пикнометром (по отношению к плотности воды при 20°C), или точным ареометром (если показания ареометра отнесены к воде при 4°C , то их следует разделить на величину плотности воды при 20°C —0,998).

14. Определение температурных пределов при кипении производится способом перегонки (см. чертёж). Перегонку ведут из стеклянной круглодонной широкогорлой колбы емкостью 150 мл. Размеры колбы следующие: диаметр



Внесен Народным комиссариатом
химической промышленности СССР

Утвержден Всесоюзным
Комитетом Стандартов
27/IX 1940 г.

Срок введения 28/IX 1940 г.

шара 65 мм, общая высота 91 мм, внутренний диаметр горла 28 мм; толщина стенок около 1 мм. Горло колбы соединяют при помощи хорошей корковой пробки со стеклянной насадкой (дефлегматором) диаметром в 14 мм и длиной в 150 мм.

В средней части насадки имеется шарик диаметром в 30 мм, над которым на расстоянии 10 мм находится отводная трубка внутренним диаметром 6—8 мм и длиной 120 мм.

Для охлаждения применяется холодильник Либиха—ОСТ 10048—39 (см. чертеж), внутренняя трубка которого имеет длину 800 мм и наружный диаметр 12 мм. Холодильник устанавливают таким образом, чтобы нижний конец его внутренней трубки, из которого вытекает погон, был на 100 мм ниже верхнего конца.

Насадку соединяют с холодильником посредством хорошей корковой пробки; конец холодильника соединяют с форштосом, при помощи которого конденсат стекает в мерный цилиндр емкостью 100 мл, служащий приемником.

С помощью мерного цилиндра с носиком емкостью 100 мл отбирают для анализа 100 мл четыреххлористого углерода, предварительно высушенного над CaCl_2 , и вливают его в сухую дестилляционную колбу.

Нагревание при перегонке ведут на водяной бане, подогреваемой электроплиткой, газовой или бензиновой горелкой. Скорость перегонки регулируют таким образом, чтобы в 1 минуту перегонялось 3—4 мл.

Отсчеты температуры производят по тонкостенному проверенному термометру с делениями в $0,2^\circ\text{C}$. Термометр укрепляют так, чтобы его резервуар для ртути находился в середине расширения насадки.

Начальной температурой перегонки считается та температура, при которой падает первая капля из холодильника в приемник; конечной—та температура, при которой в приемник перегонится 95 мл. Следует учесть поправки к показаниям термометра:

а) На неточность термометра—согласно данным аттестата.

б) На атмосферное давление: $\pm 0,044^\circ\text{C}$ на каждый миллиметр разности между показанием барометра и нормальным давлением. При давлении ниже 760 мм поправка имеет положительное значение, в противном случае — отрицательное. Показания барометра предварительно приводят к 0° , для чего вносят поправку: 2 мм—при температуре $13—19^\circ\text{C}$, и 3 мм—при температуре $20—25^\circ\text{C}$. Найденную поправку вычитают из показаний барометра.

в) На высоту выступающего столбика ртути термометра (если он значительно выступает из пробирки), причем величину поправки вычисляют по формуле:

$$0,00016 n (t_1 - t_2),$$

где: n — длина выступающего над пробкой столбика ртути, выраженная в градусах шкалы;

t_1 — наблюдаемая температура кипения;

t_2 — температура воздуха вблизи середины выступающего столбика ртути (определяют вторым термометром).

15. Определение свободного хлора. 20 мл четыреххлористого углерода взбалтывают с 75 мл 10% раствора иодистого калия в стеклянном цилиндре с притертой стеклянной пробкой в течение 2 минут; при прибавлении раствора крахмала не должно быть синего окрашивания. Наступающее по истечении 2 минут окрашивание не принимают во внимание.

16. Определение кислотности. 20 мл четыреххлористого углерода встряхивают с 10 мл дистиллированной воды в стеклянном цилиндре с притертой стеклянной пробкой в течение 3 минут, затем дают отстояться и разделиться на два слоя.

После прибавления 1—2 капель раствора метилоранжа верхний слой не должен окрашиваться в красный цвет.

17. Определение содержания сероуглерода. В колбу Эрленмейера наливают 25 мл 10% раствора едкого натра в этиловом спирте. Колбу, закрыв ее пробкой, взвешивают на аналитических весах, затем прибавляют 1 мл испытуемого четыреххлористого углерода, взвешивают вторично и определяют навеску четыреххлористого углерода.

Прибавляют несколько капель фенолфталеина, а затем приливают 20% раствор уксусной кислоты до исчезновения окраски от фенолфталеина (до слабокислой реакции).

После этого раствор охлаждают, прибавляют около 10 г двууглекислого натрия и получаемую молочномутную жидкость титруют 0,1 н раствором иода в присутствии крахмала. 1 мл 0,1 н раствора иода соответствует 0,0076 г сероуглерода.

18. Определение нелетучего остатка. Берут пипеткой 50 мл четыреххлористого углерода и вносят в предварительно взвешенный широкий стаканчик с притертой стеклянной крышкой. Стаканчик с четыреххлористым углеродом взвешивают и затем нагревают на водяной бане. После того как весь четыреххлористый углерод испарился, стаканчик с остатком ставят в сушильный шкаф и продолжают нагревание при $105—110^\circ\text{C}$ до постоянного веса.

V. Упаковка и маркировка

19. Четыреххлористый углерод отпускают потребителям:

а) в стеклянных бутылках, предварительно чисто вымытых и высушенных, которые помещают в ивовые плетеные корзины или деревянную обрешетку и тщательно обкладывают соломой или деревянной стружкой; отверстие бутылей закрывают корковой или керамиковой пробкой и обвязывают снаружи тканью;

б) в железных стандартных бочках;

в) в железнодорожных цистернах.

На бочках должно быть указано: наименование завода, название фабриката, вес брутто и нетто, номер партии и бочки и „ГОСТ 4—40“. Эту же маркировку делают на бирках, подвешиваемых к горлышку бутылей.

20. Бочки и цистерны заполняют не свыше чем на 90% их объема.

21. Внешняя поверхность бочек должна быть окрашена асфальтовой или масляной краской.