

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

УГЛЕРОД ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТЫЙ

ГОСТ 5827—68

Издание официальное

КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ, МЕР
И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР
Москва

РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским институтом химических реактивов и особо чистых веществ (ИРЕА)

Зам. директора по научной работе **Ластовский Р. П.**
Руководители темы — **Ускова Л. Е., Ротенберг И. Л.**
Исполнитель **Палдина Т. К.**

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

Член Коллегии **Жиряков В. Г.**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Отделом химии и нефтепродуктов Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР

Начальник отдела **Поволоцкий Л. И.**
Ст. инженер **Иванова Г. К.**

Отделом химии и нефтепродуктов Всесоюзного научно-исследовательского института стандартизации (ВНИИС)

Начальник отдела **Медведева Т. В.**
Инженер **Шнейдер Э. А.**

УТВЕРЖДЕН Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 19 сентября 1968 г. (протокол № 116)

Председатель Научно-технической комиссии зам. председателя Комитета **Милованов А. П.**
Члены комиссии — **Белова Е. М., Данилова В. С., Лямин Б. Н., Медведева Т. В., Степанов А. В.**

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 12/XI 1968 г. № 99

УДК 547-41 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы
УГЛЕРОД ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТЫЙ

Reagents.
Carbon tetrachloride

ГОСТ 5827—68

Взамен ГОСТ 5827—51

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР № 99 от 12/XI 1968 г. срок введения установлен с 1/I 1970 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Четыреххлористый углерод представляет собой бесцветную, прозрачную жидкость, нерастворимую в воде. Следует избегать вдыхания паров четыреххлористого углерода и попадания его на кожу.

Формула: CCl_4.

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1961 г.) — 153,82.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Четыреххлористый углерод должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименования показатели	Нормы		
	„Химически чистый" („х.ч.")	„Чистый для анализа" („ч.д.а.")	„Чистый"
1. Температурные пределы перегонки в °С при давлении 760 *мм рт. ст.*	76—77,5	76—77,5	75,5—77,5 (в пределах 1,5°С)
в этих пределах должно отгоняться в % (по объему)	97	96	95
2. Плотность ρ при 20°С в *г/см*^{3}	1,5930—1,5960	1,5930—1,5960	1,5920—1,5970
3. Нелетучий остаток в %, не более	0,0005	0,0005	0,001
4. Кислотность (HCl) в %, не более	0,0002	0,0004	0,0004
5. Альдегиды (CH_2O) в %, не более	0,0001	0,0002	0,0003

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Продолжение

Наименования показателей	Нормы		
	„Химически чистый" („х.ч.")	„Чистый для анализа" („ч.д.а.")	„Чистый"
6. Свободный хлор (Cl_2) в %, не более	0,00005	0,00005	0,00005
7. Хлориды (Cl) в %, не более	0,0001	0,0002	0,0005
8. Влага в %, не более	0,005	0,01	Не нормируется
9. Вещества, реагирующие с йодом (J), в %, не более	0,0016	0,0016	0,0016
10. Вещества, темнеющие под действием серной кислоты	Должен выдерживать испытание по п.2.11		
11. Фосген ($COCl_2$)	Должен выдерживать испытание по п.2.12		
12. Сероуглерод (CS_2) в %, не более	0,0002	0,0004	0,001

Примечание. При ксантогенатном методе получения продукта предприятие-поставщик гарантирует отсутствие фосгена и при выпуске продукта испытание по п. 2.12 может не проводиться.

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—66.

Общий вес средней отобранной пробы должен быть не менее 1300 *г*.

Для испытания четыреххлористый углерод отбирают пипеткой или мерным цилиндром по объему с точностью до 1%. При анализе четыреххлористого углерода следует работать под тягой и набирать его при помощи резиновой груши.

2.2. Температурные пределы перегонки определяют по ГОСТ 9884—61 (п. 7).

2.3. Плотность определяют по ГОСТ 9884—61 (п. 1, Б).

2.4. Определение содержания нелетучего остатка

62,5 *мл* (100 *г*) препарата помещают в платиновую чашку, предварительно высушенную до постоянного веса и взвешенную с точностью до 0,0002 *г*, и выпаривают на водяной бане досуха при 60—70°С. Остаток сушат в сушильном шкафу при 100—105°С в течение 2 *ч*, охлаждают и взвешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес сухого остатка не будет превышать:

для препарата «химически чистый»— 0,5 *мг*;

для препарата «чистый для анализа» — 0,5 *мг*;

для препарата «чистый» — 1 *мг*.

2.5. Определение кислотности

2.5.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—65;

метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—64, индикатор, 0,1%-ный раствор;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 0,1 н раствор.

2.5.2. *Проведение испытания*

62,5 *мл* (100 *г*) препарата встряхивают с 40 *мл* воды в течение 1 *мин*. После расслоения водный слой отделяют и 20 *мл* помещают в коническую колбу, прибавляют 0,05 *мл* раствора метилового оранжевого и титруют из микробюретки раствором едкого натра до перехода окраски раствора в желтую.

Содержание кислоты в пересчете на HCl (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0036 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование, в *мл*;

G — навеска препарата в *г*;

0,0036 — количество соляной кислоты, соответствующее 1 *мл* точно 0,1 н раствора едкого натра, в *г*.

2.6. Определение содержания альдегидов

2.6.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

раствор, содержащий CH_2O, готовят по ГОСТ 4212—62;

калий пиросернистокислый (метабисульфит калия) по ГОСТ 5713—65 должен быть проверен на соответствие содержания основного вещества не менее 95%, 10%-ный раствор, свежеприготовленный;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67;

фуксин основной для фуксинсернистой кислоты;

фуксинсернистый реактив, готовят следующим образом: 0,1 *г* основного фуксина для фуксинсернистой кислоты растворяют в 60 *мл* горячей воды, выдерживают на кипящей водяной бане в течение 30 *мин*, охлаждают и фильтруют. К фильтрату прибавляют 10 *мл* раствора метабисульфита калия, тщательно перемешивают, прибавляют 1 *мл* соляной кислоты, доводят объем раствора водой до 100 *мл*, снова перемешивают и оставляют на 1 *ч*. Раствор сохраняют в склянке из оранжевого стекла с притертой пробкой. Годен к применению в течение 15—20 суток.

2.6.2. *Проведение испытания*

6,25 *мл* (10 *г*) препарата помещают в делительную воронку, прибавляют 20 *мл* воды, взбалтывают в течение 1—2 *мин* и остав-

ляют в покое до расслоения. Водный слой отделяют, фильтруют через маленький беззольный фильтр, помещают в коническую колбу вместимостью 50 *мл*, прибавляют 2 *мл* фуксинсернистого реактива и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если появившаяся через 15 *мин* окраска испытуемого раствора не будет интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,01 *мг* CH_2O;

для препарата «чистый для анализа» — 0,02 *мг* CH_2O;

для препарата «чистый» — 0,03 *мг* CH_2O и 2 *мл* фуксинсернистого реактива.

2.7. Определение содержания свободного хлора

2.7.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

калий йодистый по ГОСТ 4232—65, 10%-ный раствор.

2.7.2. *Проведение испытания*

10 *мл* препарата помещают в цилиндр из бесцветного стекла с притертой пробкой, прибавляют 10 *мл* воды, 0,1 *мл* раствора йодистого калия и в течение 2 *мин* взбалтывают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если после расслоения при наблюдении на фоне молочного стекла нижний слой не будет окрашен.

2.8. Определение содержания хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671—63 (п. 27) визуально-нефелометрическим или фотонефелометрическим методом (п. 28).

При этом 12,5 *мл* (20 *г*) препарата помещают в делительную воронку, прибавляют 25 *мл* воды и энергично встряхивают в течение 3—5 *мин*. После расслоения жидкостей водный слой отделяют и фильтруют через беззольный фильтр, трижды промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты, в коническую колбу вместимостью 100 *мл* (с меткой на 40 *мл*). Объем фильтрата доводят водой до метки, прибавляют 2 *мл* раствора азотной кислоты, 1 *мл* раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 20 *мин* опалесценция испытуемого раствора не будет интенсивнее опалесценции эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,02 *мг* Cl;

для препарата «чистый для анализа» — 0,04 *мг* Cl;

для препарата «чистый» — 0,1 *мг* Cl,

2 *мл* раствора азотной кислоты и 1 *мл* раствора азотнокислого серебра.

2.9. Определение содержания влаги

2.9.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

метанол-яд по ГОСТ 6995—67 (с содержанием воды не более 0,05%);

реактив Фишера.

2.9.2. *Проведение испытания*

5 *мл* метанола помещают в сухую колбу вместимостью 75—100 *мл* (с притертой пробкой) и добавляют реактив Фишера до появления неисчезающей буроватой окраски. К обезвоженному таким образом метанолу быстро добавляют 25 *мл* (40 *г*) препарата, перемешивают и титруют реактивом Фишера до неисчезающей буроватой окраски (цвет йода).

Определение проводят в условиях, исключающих попадание из воздуха влаги.

Содержание влаги (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора реактива Фишера, израсходованный на титрование навески, в *мл*;

T — титр раствора реактива Фишера в *г/мл* (устанавливают в день работы);

G — навеска препарата в *г*.

Конец титрования может быть установлен электрометрически.

При применении метанола с известным содержанием влаги предварительное обезвоживание метанола реактивом Фишера может быть опущено, а в результат определения введена соответствующая поправка.

2.10. Определение содержания веществ, реагирующих с йодом (J)

К 25 *мл* (40 *г*) препарата прибавляют 0,05 *мл* 0,1 н раствора йода (ГОСТ 4159—64) и энергично взбалтывают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если фиолетовая окраска раствора не исчезает в течение 30 *мин*.

2.11. Определение содержания веществ, темнеющих под действием серной кислоты

2.11.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

железо хлорное по ГОСТ 4147—65;

раствор, содержащий 4,50 *г* $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ и 2,5 *мл* соляной кислоты в объеме 100 *мл*;

кислота серная по ГОСТ 4204—66;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67;

кобальт хлористый по ГОСТ 4525—68;

раствор, содержащий 5,95 *г* $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ и 2,5 *мл* соляной кислоты в объеме 100 *мл*;

медь сернокислая по ГОСТ 4165—68;

раствор, содержащий 6,24 *г* $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ и 2,5 *мл* соляной кислоты в объеме 100 *мл*.

2.11.2. *Проведение испытания*

20 *мл* препарата помещают в цилиндр с притертой пробкой, предварительно промытый серной кислотой, осторожно прибавляют 5 *мл* серной кислоты и взбалтывают в течение 5 *мин*.

Препарат считают соответствующим стандарту, если после расслоения слой серной кислоты для препарата «химически чистый» и «чистый для анализа», при сравнении с таким же объемом серной кислоты, остается бесцветным;

и для препарата «чистый» — не будет по окраске интенсивнее эталонного раствора, содержащего 0,4 *мл* раствора хлористого кобальта, 0,7 *мл* раствора хлористого железа, 0,4 *мл* раствора сернокислой меди и 3,5 *мл* воды.

2.12. Определение содержания фосгена

2.12.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

бумагу на фосген готовят следующим образом: 5 *г* *п*-диметиламинобензальдегида и 5 *г* дифениламина растворяют при охлаждении до 15—18°С в 100 *мл* этилового спирта. Этим раствором пропитывают бумажные полосы (20×50 *мм*) из хроматографической бумаги в течение 30 *мин*. Затем бумажные полосы высушивают на воздухе, не содержащем фосгена и кислоты (не должно появляться желтой окраски бумажных полос);

бумага хроматографическая;

п-диметиламинобензальдегид;

дифениламин по ГОСТ 5825—51;

спирт этиловый ректификованный (гидролизный) высшей очистки.

2.12.2. *Проведение испытания*

20 *мл* препарата помещают в колбу вместимостью 50 *мл* (с притертой пробкой). В воздушное пространство над жидкостью помещают полосу бумаги на фосген, колбу плотно закрывают и выдерживают в темноте в течение 24 *ч*.

Препарат считают соответствующим стандарту, если не будет наблюдаться желтой окраски бумажной полосы.

2.13. Определение содержания сероуглерода

2.13.1. *Применяемые реактивы, растворы и приборы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

йод по ГОСТ 4159—64, 0,1 н раствор;

калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, 0,1 н водный раствор и 10%-ный спиртовой раствор, профильтрованный через фильтр «белая лента»;

калий ксантогенат;

кислота уксусная по ГОСТ 61—51, «ледяная х. ч.» и 10%-ный раствор;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—62, 1%-ный раствор;

медь сернокислая по ГОСТ 4165—68, 0,1%-ный раствор;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, 0,1 н раствор;

спирт этиловый ректификованный (гидролизный) высшей очистки;

раствор, содержащий CS_2, готовят по ГОСТ 4212—62 (п. Б—8) соответствующим разбавлением этиловым спиртом готовят раствор, содержащий 0,1 *мг* CS_2 в 1 *мл*, или из ксантогената калия—следующим образом: навеску ксантогената калия ($C_3H_5S_2OK$) с известным содержанием основного вещества, соответствующую 0,5 *г* CS_2, растворяют в 500 *мл* 0,1 н водного раствора едкого кали, соответствующим разбавлением водой готовят раствор, содержащий 0,1 *мг* CS_2 в 1 *мл*.

Примечание. При расчете на 100%-ный препарат навеска ксантогената калия (соответствует 0,5 *г* CS_2) составляет 1,053 *г*.

Содержание основного вещества ксантогената калия определяют следующим образом: около 0,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,0002 *г* и растворяют в 50 *мл* воды в конической колбе с притертой пробкой. Прибавляют 50 *мл* раствора йода, закрывают колбу пробкой и оставляют на 5 *мин*. Затем прибавляют 2 *мл* ледяной уксусной кислоты и оттитровывают избыток йода раствором серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования раствор крахмала. 1 *мл* точно 0,1 н раствора йода соответствует 0,01603 *г* ксантогената калия;

сероуглерод;

спирт этиловый ректификованный (гидролизный) высшей очистки;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор;

фотоколориметр ФЭК-56 или другой марки

2.13.2. *Построение калибровочного графика*

В мерные цилиндры или в цилиндры с метками на 25 *мл* с притертыми пробками помещают растворы, содержащие 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,1 *мг* CS_2, прибавляют в каждый раствор по 5 *мл* спиртового раствора едкого кали, перемешивают и оставляют в покое на 5 *мин*. Затем прибавляют по 10 *мл* воды, по 1 капле раствора фенолфталеина, нейтрализуют по каплям 10%-ным раствором уксусной кислоты и прибавляют еще по 0,1 *мл* избытка того же раствора кислоты. Объем растворов доводят спиртом до 25 *мл*, перемешивают, прибавляют по 0,5 *мл* раствора сернокислой меди и снова перемешивают.

Одновременно готовят в двойном количестве (для заполнения двух кювет) контрольный раствор, не содержащий CS_2, в который добавляют в том же порядке реактивы в удвоенном количестве.

Через 15 *мин* величину оптической плотности эталонных растворов измеряют на синем светофильтре по отношению к контрольному раствору в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 *мм*. (для ФЭК-56 при длине волны 400 *ммк* применяют светофильтр № 3).

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс введенные в эталонные растворы количества сероуглерода в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им величины оптических плотностей.

Для построения каждой точки калибровочного графика вычисляют значение величины оптической плотности из трех параллельных определений.

Калибровочный график должен иметь вид прямой линии, проходящей через начало координат.

Калибровочный график проверяют один раз в три месяца, а также при смене реактивов или фотоколориметра.

2.13.3. *Проведение испытания*

6,25 *мл* (10 *г*) препарата помещают в делительную воронку, прибавляют 5 *мл* спиртового раствора едкого кали и энергично встряхивают. Через 5 *мин* прибавляют 10 *мл* воды, снова встряхивают и оставляют до отделения слоев (примерно на 5—10 *мин*). Затем слой четыреххлористого углерода тщательно отделяют и отбрасывают, а водный слой помещают в мерный цилиндр с притертой пробкой, прибавляют 1 каплю раствора фенолфталеина, нейтрализуют по каплям 10%-ным раствором уксусной кислоты и прибавляют еще 0,1 *мл* избытка того же раствора кислоты. Объем раствора доводят спиртом до 25 *мл*, перемешивают, прибавляют 0,5 *мл* раствора сернокислой меди, снова перемешивают, закрывают цилиндр пробкой и помещают в затемненное место.

Одновременно готовят контрольный раствор так же, как при построении калибровочного графика.

Величину оптической плотности испытуемого раствора измеряют через 15 *мин* по отношению к контрольному раствору так же, как при построении калибровочного графика.

По полученной величине оптической плотности, пользуясь калибровочным графиком, находят содержание сероуглерода в испытуемом растворе в миллиграммах.

Содержание сероуглерода (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{G \cdot 100}{G_1 \cdot 1000},$$

где:

G — содержание сероуглерода, найденное по калибровочному графику, в *мг*;

G_1 — навеска препарата в *г*.

Допускается определение проводить визуально.

3. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

3.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—66.

Вид упаковки: С-1, С-7. На этикетке должна быть надпись «Токсичен».

Группа фасовки: V, VI, VII.

Издательство стандартов. Москва, К-1, ул. Щусева, 4
Сдано в наб. 21/XI 1968 г. Подп. в печ. 23/XII 1968 г. 0,75 п. л. Тир. 8000
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1913

МЕЖДУНАРОДНАЯ СИСТЕМА ЕДИНИЦ (СИ)

Наименование величины	Единица измерения	Сокращ. обозначение	Наименование величины	Единица измерения	Сокращ. обозначение
ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ			Работа, энергия	джоуль $(1\,н)\cdot(1\,м)$	*дж*
ДЛИНА	метр	*м*	Мощность	ватт $(1\,дж):(1\,сек)$	*вт*
МАССА	килограмм	*кг*	Количество электричества (электрический заряд)	кулон $(1\,а)\cdot(1\,сек)$	*к*
ВРЕМЯ	секунда	*сек*	Электрическое напряжение, разность электрических потенциалов	вольт $(1\,вт):(1\,а)$	*в*
СИЛА ТОКА	ампер	*а*	Электрическое сопротивление	ом $(1\,в):(1\,а)$	*ом*
ТЕРМОДИНАМИЧЕСКАЯ ТЕМПЕРАТУРА	градус Кельвина	°К	Электрическая емкость	фарада $(1\,к):(1\,в)$	*ф*
СИЛА СВЕТА	свеча	*св*	Магнитный поток	вебер $(1\,к)\cdot(1\,ом)$	*вб*
ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ			Индуктивность	генри $(1\,вб):(1\,а)$	*гн*
Плоский угол	радиан	*рад*	Теплоемкость системы	джоуль на градус	*дж/град*
Телесный угол	стерадиан	*стер*	Коэффициент теплопроводности	ватт на метр-градус	*вт/м·град*
ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ			Световой поток	люмен $(1\,св)\cdot(1\,стер)$	*лм*
Площадь	квадратный метр	$м^2$	Яркость	нит $(1\,св):(1\,м^2)$	*нт*
Объем	кубический метр	$м^3$	Освещенность	люкс $(1\,лм):(1\,м^2)$	*лк*
Плотность (объемная масса)	килограмм на кубический метр	$кг/м^3$			
Скорость	метр в секунду	*м/сек*			
Угловая скорость	радиан в секунду	*рад/сек*			
Сила	ньютон $(1\,кг)\cdot(1\,м):(1\,сек)^2$	*н*			
Давление (механическое напряжение)	ньютон на квадратный метр	$н/м^2$			

ПРИСТАВКИ ДЛЯ ОБРАЗОВАНИЯ НАИМЕНОВАНИЙ КРАТНЫХ И ДОЛЬНЫХ ЕДИНИЦ

Множитель, на который умножается единица	Приставки	Сокращ. обозначение	Множитель, на который умножается единица	Приставки	Сокращ. обозначение
$1\,000\,000\,000\,000 = 10^{12}$	тера	*Т*	$0{,}1 = 10^{-1}$	деци	*д*
$1\,000\,000\,000 = 10^{9}$	гига	*Г*	$0{,}01 = 10^{-2}$	санти	*с*
$1\,000\,000 = 10^{6}$	мега	*М*	$0{,}001 = 10^{-3}$	милли	*м*
$1000 = 10^{3}$	кило	*к*	$0{,}000001 = 10^{-6}$	микро	*мк*
$100 = 10^{2}$	гекто	*г*	$0{,}000000001 = 10^{-9}$	нано	*н*
$10 = 10^{1}$	дека	*да*	$0{,}000000000001 = 10^{-12}$	пико	*п*