Издание официальное

СССР Управление по стандартизации при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Реактивы **УГЛЕРОД ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТЫЙ**	**ГОСТ 5827—51** Взамен ОСТ 10153—39 Группа Л52

Углерод четыреххлористый представляет собой бесцветную, прозрачную жидкость, не растворимую в воде.

Формула: CCl_4.

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1948 г.) — 153,84.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

1. Четыреххлористый углерод должен соответствовать следующим требованиям:

Наименования показателей	„Чистый для анализа"	„Чистый"
а) Удельный вес (γ_4^{20}) в пределах	1,593—1,596	1,591—1,597
б) Температурные пределы перегонки при давлении 760 *мм* рт. ст., в которых должно отгоняться для препаратов „ч. д. а." и „чистый", не менее 95% по объему, в °С	76—77,5	75,5—77,5
в) Содержание нелетучего остатка в %%, не более	0,0005	0,001
г) Содержание хлоридов (Cl) в %%, не более	0,0002	0,0005
д) Содержание сероуглерода (CS_2) в %%, не более	0,0002	0,001
е) Содержание альдегидов (CH_3CHO) в %%, не более	Отсутствие	0,0006
ж) Кислотность	Должен выдерживать испытание по п. 9	
з) Содержание свободного хлора	Должен выдерживать испытание по п. 10	
и) Проба с серной кислотой	Должен выдерживать испытание по п. 11	
к) Проба с йодом	Должен выдерживать испытание по п. 12	

Внесен Министерством химической промышленности	Утвержден Управлением по стандартизации 11/VI 1951 г.	Срок введения 1/X 1951 г.

Переиздание. Февраль 1959 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Цена 25 коп.

Перепечатка воспрещена

II. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И ОТБОР ПРОБ

2. Приемку и отбор проб производят по ГОСТ 3885—54.

Общий вес отобранной пробы должен быть не менее 1,5 *кг*.

III. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

3. Определение удельного веса. Определение удельного веса производят при помощи пикнометра в термостате, имеющем температуру воды 20°С, применяя для определения температуры воды в термостате термометр с ценой деления 0,1°С.

Удельный вес (γ_4^{20}) вычисляют по формуле:

$$\gamma_4^{20} = \frac{(G_2 - G_1) \cdot 0{,}99823}{G_3 - G_1},$$

где:

G_1 — вес пустого пикнометра в *г*;

G_2 — вес пикнометра с испытуемым четыреххлористым углеродом в *г*;

G_3 — вес пикнометра с дистиллированной водой при температуре 20°С в *г*;

0,99823 — коэффициент пересчета γ_{20}^{20} на γ_4^{20}.

4. Определение объема отгона в температурных пределах, указанных в стандарте

а) *Применяемая аппаратура*

Прибор для перегонки по ГОСТ 2603—51.

б) *Описание определения*

В колбу прибора помещают 100 *мл* испытуемого препарата, который отмеривают цилиндром емкостью 100 *мл* с ценой деления 1 *мл*. Цилиндр в дальнейшем используют для сбора отгона. Во избежание неравномерного кипения и перегревания жидкости в колбу помещают несколько капилляров или кусочков неглазурованного фарфора. Термометр берут с ценой деления 0,2°С, преимущественно укороченного типа. Перед началом отгонки вычисляют все поправки, указанные в примечаниях, и устанавливают температурные пределы перегонки при наблюдаемом давлении, соответствующие температурным пределам при давлении 760 *мм* рт. ст., установленным настоящим стандартом.

Отгонку ведут со скоростью 2—3 *мл* в 1 мин.

В процессе отгонки отмечают:

а) температуру, при которой в приемник стечет первая капля отгона;

б) объем отгона при температуре 75,5°С (при давлении 760 *мм* рт. ст.) — отгон *I*;

в) объем отгона при температуре 76°С (при давлении 760 *мм* рт. ст.) — отгон *II*;

г) конечную температуру, при которой объем отгона для препарата «ч. д. а.» достигнет 95 *мл* за вычетом объема отгона *II* и для препарата «чистый» — объема отгона *I*.

Конечная температура для препаратов обеих квалификаций должна быть не выше 77,5°С (при давлении 760 *мм* рт. ст.).

Примечания:

1. Наблюдаемое давление приводят к 0°С, вычитая из показаний барометра 2 *мм* при температуре окружающей среды 13—20°С или 3 *мм* при температуре 21—28°С.

2. Для приведения температурных пределов перегонки к наблюдаемому давлению вносят поправку ±0,046°С на каждый миллиметр разницы между нормальным и наблюдаемым давлением, приведенным к 0°С. При давлении ниже 760 *мм* рт. ст. поправку вычитают, а в противном случае прибавляют.

3. Если столбик ртути термометра во время перегонки будет выступать над пробкой, в отсчет наблюдаемой температуры вносят поправку (Δt) на высоту выступающего над пробкой колбы столбика ртути термометра.

Поправку (Δt) определяют предварительным опытом и вычисляют по формуле:

$$\Delta t = 0{,}00016 \cdot h \ (t_1 - t_2),$$

где:

h — высота выступающего над пробкой столбика ртути, выраженная в градусах шкалы термометра;

t_1 — наблюдаемая температура перегонки в °С;

t_2 — температура окружающего воздуха вблизи середины столбика ртути, выступающего над пробкой, измеряемая вторым термометром, в °С.

Найденную поправку вычитают из температуры перегонки, вычисленной в соответствии с примечанием 2.

5. Определение содержания нелетучего остатка. 50 *г* (31,5 *мл*) испытуемого препарата выпаривают в чашке на водяной бане. Полученный остаток сушат в течение 30 мин. при температуре 105—110°С. Препарат считают соответствующим стандарту, если вес высушенного остатка будет не более:

для препарата «ч. д. а.»	0,25 *мг*
» » «чистый»	0,5 »

6. Определение содержания хлоридов (Cl)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, раствор уд. в. 1,15.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 0,1 н раствор.
Раствор, содержащий Cl', готовят по ГОСТ 4212—48.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

20 *г* (12,5 *мл*) препарата помещают в делительную воронку, прибавляют 20 *мл* воды. Содержимое взбалтывают в течение 3—5 мин. и оставляют в покое до разделения слоев. Водный слой отделяют, фильтруют через промытый горячей водой фильтр, собирая фильтрат в мерный цилиндр. Раствор делят пополам: одну половину оставляют для определения кислотности (п. 9), к другой — прибавляют 0,5 *мл* раствора азотной кислоты и 0,5 *мл* раствора азотнокислого серебра.

Препарат считают соответствующим стандарту, если появившаяся опалесценция испытуемого раствора будет не интенсивнее опалесценции эталонного раствора, содержащего в том же объеме те же количества азотной кислоты,

для препарата «ч. д. а.»	0,02 *мг* Cl
» » «чистый»	0,05 » Cl

и 0,5 *мл* раствора азотнокислого серебра.

7. Определение содержания сероуглерода (CS_2)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кали едкое по ГОСТ 4203—48, 10%-ный спиртовый раствор.
Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, 30%-ный раствор.
Медь сернокислая по ГОСТ 4165—48, «х. ч.», 1%-ный раствор.
Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовый раствор.
Раствор, содержащий CS_2, готовят по ГОСТ 4212—48.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

20 *г* (12,5 *мл*) препарата помещают в делительную воронку, прибавляют 5 *мл* спиртового раствора едкого кали и оставляют в покое в течение 1 часа. К полученному раствору прибавляют 10 *мл* воды, встряхивают; после расслоения отделяют верхний слой и фильтруют его в пробирку через фильтр.

промытый сначала тем же раствором едкого кали, а затем водой. После этого прибавляют к раствору одну каплю раствора фенолфталеина, по каплям раствор уксусной кислоты до обесцвечивания и еще избыток в одну-две капли той же кислоты. Затем к раствору прибавляют две капли раствора сернокислой меди

Препарат считают соответствующим стандарту, если для препарата «ч. д. а.» окрашивание испытуемого раствора не будет отличаться от окраски раствора, содержащего те же количества воды, спиртового раствора едкого кали, раствора уксусной кислоты, фенолфталеина и раствора сернокислой меди. Для препарата «чистый» появившееся желтое окрашивание испытуемого раствора должно быть не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, приготовленного обработкой в условиях испытуемого раствора 12,5 *мл* четыреххлористого углерода квалификации «ч. д. а.», в которые было введено 0,2 *мг* сероуглерода.

Примечание. Если нет четыреххлористого углерода квалификации «ч. д. а.», то берут 200 *мл* «чистого» препарата, содержащего возможно меньшее количество сероуглерода, прибавляют 40—50 *мл* 10%-ного спиртового раствора едкого кали и, изредка взбалтывая, оставляют в покое в течение 1—1,5 часа.

К полученному раствору прибавляют 100 *мл* воды, встряхивают, отделяют водный слой. Операцию очистки повторяют еще дважды, беря каждый раз по 50 *мл* воды. Отделив четыреххлористый углерод от воды, его перегоняют, собирая фракцию продукта в пределах 76—77,5°С (при давлении 760 *мм* рт. ст.). Собранную фракцию препарата необходимо испытать на отсутствие сероуглерода, как указано выше.

8. Определение содержания альдегидов (CH_3CHO)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Спирт этиловый по ГОСТ 5962—51, не содержащий альдегидов и 50%-ный раствор.

Фуксино-сернистая кислота (реактив Моллера).

Раствор, содержащий CH_3CHO, готовят по ГОСТ 4212—48.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Реактив (фуксино-сернистая кислота) готовят следующим образом: в склянку емкостью около 1,5 *л* с хорошо притертой пробкой, вливают 150 *мл* 0,1%-ного свежеприготовленного раствора фуксина, 100 *мл* свежеприготовленного раствора кислого сернистокислого натрия (уд. в. 1,302), следя за тем, чтобы температура раствора была 15°С. Полученную смесь хорошо взбалтывают, прибавляют туда 1000 *мл* дистиллированной воды, 15 *мл* серной кислоты (уд. в. 1,835), снова

хорошо взбалтывают и оставляют в покое до тех пор, пока раствор не будет совершенно бесцветным (около 10—12 час.).

Этиловый спирт, не содержащий альдегидов, готовят следующим образом: в колбу емкостью 2,5—3 *л* вливают 2 *л* этилового спирта, бросают несколько капилляров или кусочков неглазурованной обожженной глины.

Колбу при помощи изогнутой широкой трубки соединяют с холодильником так, чтобы холодильник был поднят вверх под углом 45° к колбе, колбу помещают в водяную баню; через холодильник пропускают воду, имеющую температуру 50—60°С. В свободный конец холодильника вставляют на пробке стеклянную трубку, один конец которой доходит до уровня воды в кожухе холодильника, а другой — соединяют при помощи толстостенной резиновой трубки с действующим водяным вакуум-насосом. Удаление воды кипячением производят в течение 12 час. Затем содержимое колбы медленно перегоняют со скоростью 4—5 *мл* в минуту, пользуясь прямо поставленным холодильником. Первые 750 *мл* отбрасывают, следующие 750 *мл* собирают отдельно и испытывают на отсутствие альдегидов, для чего в стеклянный цилиндр, снабженный притертой пробкой, емкостью 20 *мл* вливают 5 *мл* испытуемого этилового спирта и 5 *мл* воды, содержимое тщательно перемешивают, прибавляют 4 *мл* раствора фуксино-сернистой кислоты, цилиндр закрывают пробкой, содержимое цилиндра хорошо взбалтывают и оставляют в покое на рассеянном свете; если через 20 мин. не будет наблюдаться розового окрашивания — спирт не содержит альдегидов и его можно применять для приготовления эталонных растворов альдегида.

б) *Описание определения*

20 *г* (12,5 *мл*) испытуемого препарата помещают в делительную воронку, прибавляют 2 *мл* воды, взбалтывают и оставляют в покое в течение 10 мин. до разделения слоев. Верхний слой отделяют, прибавляют 2 *мл* ректификованного спирта, не содержащего альдегидов, и 1 *мл* фуксино-сернистой кислоты.

Препарат считают соответствующим стандарту, если появившееся окрашивание испытуемого раствора через 30 мин. будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, содержащего в том же объеме:

для препарата «ч. д. а.» 0,04 *мг* CH_3CHO, 3 *мл* 50%-ного этилового спирта и 1 *мл* фуксино-сернистой кислоты и

для препарата «чистый» 0,12 *мг* CH_3CHO, 1 *мл* 50%-ного этилового спирта и 1 *мл* фуксино-сернистой кислоты.

9. Определение кислотности

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кали едкое по ГОСТ 4203—48, 0,1 н раствор или

Натр едкий по ГОСТ 4328—48, 0,1 н раствор.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовый раствор.

б) *Описание определения*

К половине объема водной вытяжки при определении хлоридов (п. 6) прибавляют одну каплю раствора фенолфталеина и 0,5 *мл* 0,1 н раствора едкой щелочи.

Препарат считают соответствующим стандарту, если окраска раствора не исчезнет в течение одной минуты.

10. Определение содержания свободного хлора. 10 *мл* препарата взбалтывают в течение 2 мин. с 10 *мл* дистиллированной воды, содержащей 0,1 *мл* 10%-ного раствора йодистого калия (ГОСТ 4232—48).

Препарат считают соответствующим стандарту, если нижний слой раствора не окрашивается в фиолетовый цвет.

11. Проба с серной кислотой. 20 *мл* препарата 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.

Препарат считают соответствующим стандарту, если после расслоения серная кислота остается бесцветной или имеет слабо желтоватый оттенок.

12. Проба с йодом. К 25 *мл* препарата прибавляют одну каплю 0,1 н раствора йода (ГОСТ 4159—48) и содержимое тщательно взбалтывают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если фиолетовое окрашивание раствора не исчезнет в течение 30 мин.

IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

13. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—54. Вид упаковки С-1; группа фасовки V.

Замена

ГОСТ 3885—54 введен взамен ГОСТ 3885—50.
ГОСТ 5962—51 введен взамен ОСТ НКПП 278.

Стандартгиз. Подп. к печ. 25/III 1959 г. 0,5 п. л. Тир. 3000

Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 934