12794-80

12794--80

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

МЕТИЛ ХЛОРИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 12794—80

Издание сфициальное

5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.723.21—13 : 006.354 Группа Л21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕТИЛ ХЛОРИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical methyl chloride. Specifications

ГОСТ 12794—80

ОКП 24 1211 0100

Срок действия с 01.07.81
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на технический хлористый метил, получаемый гидрохлорированием метанола и при производстве хлорофоса, предназначенный для получения кремнийорганических соединений, бутилкаучука и других химических продуктов.

Формула CH_3Cl.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 50,49.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

1.1. Технический хлористый метил должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям технический хлористый метил должен соответствовать нормам и требованиям, указанным в табл. 1.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		Метод анализа
	Первый сорт ОКП 24 1211 0130	Второй сорт ОКП 24 1211 0140	
1. Внешний вид сжиженного хлористого метила	Бесцветная прозрачная жидкость		По п. 4.3
2. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,010	0,02	По п. 4.4
3. pH водного раствора	3,5 7,0	3,5—7,0	По п. 4.5
4. Содержание метанола и карбонильных соединений	Выдерживает испытание		По п. 4.6
5. Массовая доля воды, %, не более	0,008	0,02	По ГОСТ 24614 81 или по ГОСТ 14870—77 и по п. 4.7 настоящего стандарта
6 **(Исключен, Изм. № 2).**			
7. Объемная доля диметилового эфира, %, не более	0,001	0,001	По п. 4.8
8, 9. **(Исключены, Изм. № 2).**			
10. Массовая доля двуокиси углерода, %, не более	0,0005	0,005	По п. 4.9
11. Массовая доля фосфорорганических соединений в пересчете на фосфор, %, не более	0,00002	0,0003	По п. 4.10

Примечание. Массовую долю фосфорорганических соединений в пересчете на фосфор определяют в хлористом метиле, получаемом только при производстве хлорофоса.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Хлористый метил горючий газ.

Нижний предел воспламенения паров в воздухе — 5,6% (об.), верхний - 35% (об.). Температура самовоспламенения — плюс 632°С, температура кипения — минус 23,8°С.

Показатели пожаровзрывоопасности определяют по ГОСТ 12.1.044—89.

Хлористый метил образует взрывоопасные смеси с воздухом, относится к категории IIA группе Т1 по ГОСТ 12.1.011— 78.

При загорании хлористого метила образуется токсичное вещество — хлористый водород. В условиях пожара следует применять противогаз марки КИП-8 или АСВ-2. Тушить пожар следует пенным или углекислотным огнетушителем.

2.2. Хлористый метил относится ко второму классу опасности по ГОСТ 12.1.005- 88. Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны - 5 мг/м^3.

Хлористый метил обладает наркотическим действием, раздражает кожные покровы и слизистые оболочки глаз и дыхательных путей, при длительном воздействии поражает нервную и сердечно-сосудистую системы.

2.3. Рабочие помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Оборудование должно быть герметичным.

Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой и средствами индивидуальной защиты (противогаз марки БКФ по ГОСТ 12.4.121—83, перчатки, защитные очки)..

При производстве и применении хлористого метила должны соблюдаться требования по обеспечению пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—85.

2.4. Не допускается хранить хлористый метил с группами веществ I, III, V—VI, IIв, IVа по ГОСТ 12.1.004—85.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а. ОХРАНА ПРИРОДЫ

2а.1. При изготовлении, транспортировании и хранении хлористого метила защита окружающей среды обеспечивается герметизацией оборудования и тары.

2а.2. Соляную и серную кислоты и отработанный раствор щелочи сливают в канализацию кислотно-щелочных стоков, pH которых должна быть 6—8.

2а.3. Отработанные газы производства хлористого метила сбрасывают на рассев в атмосферу с концентрацией, не превышающей предельно допустимую концентрацию для населенных пунктов.

2а.4. Контроль за состоянием воздушной среды и сбросов в воду осуществляет санитарная служба предприятия не реже одного раза в неделю.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

3. ПРИЕМКА

3.1. Технический хлористый метил принимают партиями.

Партией считают количество продукта, однородного по показателям качества, сопровождаемого одним документом о качестве.

Каждую цистерну хлористого метила считают партией.

Документ о качестве должен содержать:

товарный знак и (или) наименование предприятия-изготовителя;

наименование продукта и его сорт;

номер партии;

дату изготовления;

массу брутто и нетто;

результаты проведенных анализов и (или) подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта;

шифр группы по ГОСТ 19433—88;

обозначение настоящего стандарта.

3.2. Для проверки качества технического хлористого метила объем выборки продукта — 10% баллонов, но не менее трех баллонов или каждая цистерна.

Допускается у изготовителя отбирать пробу из емкости хранилища.

3.3. При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ удвоенной выборки или вновь отобранной пробы из цистерны или хранилища.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

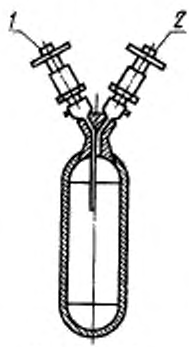
3.4. Массовую долю двуокиси углерода и массовую долю фосфорорганических соединений в пересчете на фосфор определяют по требованию потребителя.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб

4.1.1. Пробы отбирают через сливные штуцеры цистерн, баллонов в баллон по ГОСТ 949—73 вместимостью до 5 дм³, оборудованный специальной головкой (черт. 1).



1, 2 вентили

Черт. 1

Перед отбором пробы чистый сухой баллон охлаждают до минус (30±5)°С. Вентиль *1* баллона присоединяют при помощи накидной гайки к сливному штуцеру. При открытых вентилях *1* и *2* открывают сливной штуцер и наполняют баллон до тех пор, пока из вентиля *2* не потечет жидкий хлористый метил. После этого вентиль *1* закрывают, а вентиль *2* оставляют открытым до тех пор, пока не начнется выделение газообразного продукта.

4.1.2. Допускается пробу хлористого метила отбирать в другие специально оборудованные и захоложенные не менее чем до минус (30±5)°С сосуды (толстостенные колбы, ловушки, сосуды Дьюара и предварительно вакуумированные металлические баллоны по ГОСТ 949—73).

Все приспособленные для отбора проб сосуды должны обес-

печивать отсутствие контакта хлористого метила с атмосферой от момента отбора пробы до проведения анализа.

4.1.3. При возникновении разногласий в оценке качества пробу отбирают только в стальной баллон (черт. 1). Объем пробы должен быть не менее 0,75 дм³.

4.1.4. На сосуд с пробой наклеивают этикетку с указанием: предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы, фамилии лица, отобравшего пробу.

По окончании анализа стальной баллон освобождают от остатков хлористого метила при открытых вентилях *1* и *2* продувкой сухим азотом.

4.2. Для захолаживания посуды и приборов в соответствии с условиями проведения анализов могут применяться охлаждающие смеси:

для достижения температуры минус (30±5)°С — ацетон—сухой лед, для достижения температуры минус (10±2)°С — вода—калий родакнстый по ГОСТ 4139—75 или аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86 в соотношении 1 : 1,5. Допускается применение других смесей и препаратов (жидкий азот, сухой лед и др.).

4.2а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже приведенных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.3. Определение внешнего вида

Внешний вид определяют визуально.

Сжиженный продукт наливают в охлажденную до минус 10—15°С стеклянную ампулу или пробирку П1—16—150ХС по ГОСТ 25336—82. Высота столба 100 мм. Продукт рассматривают в проходящем свете по диаметру ампулы, пробирки. При увлажнении пробирку (ампулу) периодически протирают сухой тряпочкой.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4. Определение массовой доли нелетучего остатка

4.4.1. *Аппаратура*

Весы лабораторные общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛР-10 кг.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в интервале минус 10—15°С.

Чаша платиновая 115—4 или 115—5 по ГОСТ 6563—75, допускается использовать чашу кварцевую 100 или тигель кварцевый В-100 и Н-100 по ГОСТ 19908—80.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74.

Шкаф сушильный любой марки, обеспечивающий температуру нагрева 105—110°С.

4.4.2. *Проведение анализа*

Взвешивают пробоотборник с пробой продукта на весах ВЛР-10 кг. Около 50 г пробы выливают в чашу или тигель, предварительно доведенные до постоянной массы при температуре 105—110°С, охлажденные до температуры минус 10—15°С и снова взвешивают. Результаты взвешивания пробоотборника в граммах записывают в целых числах.

Допускается отмеривать 50 см³ анализируемой пробы цилиндром, предварительно охлажденным до температуры минус 10—15°С.

Чашу или тигель с пробой помещают на холодную водяную баню и выдерживают на ней до полного испарения содержимого. Затем чашу или тигель сушат до постоянной массы при температуре 105—110°С и взвешивают. Все взвешивания чаши или тигля проводят на весах типа ВЛР-200 г, записывая результаты взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака.

4.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нелетучего остатка (X) в процентах вычисляют по формулам:

при отборе пробы пробоотборником

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

при отборе пробы цилиндром

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{0{,}991 \cdot 50},$$

где m_1 — масса нелетучего остатка, г;

m — масса анализируемой пробы, г;

0,991 — плотность хлористого метила при температуре минус 23,8°С, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,002% при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

4.5. Определение pH водного раствора

4.5.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

pH-метр лабораторный любой марки.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в интервале минус 10 15°С.

Цилиндр 2—50 и 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—87.

4.5.2. *Проведение анализа*

В цилиндр, охлажденный до температуры минус 10—15°С, наливают 20 см³ хлористого метила и закрывают цилиндр пробкой с отводной трубкой. Конец трубки помещают в стакан для измерения pH, куда предварительно наливают 20 см³ воды. Испарение хлористого метила ведут со скоростью 50—60 пузырьков в 30 с.

По окончании испарения анализируемой пробы вынимают трубку из стакана, опускают в него электроды и измеряют pH в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не превышает 0,1 единицы pH.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа ±0,1 единицы pH при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.6. Определение содержания метанола и карбонильных соединений

4.6.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Пробирка П-2 -25—14/23 с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770—74, имеющей отводную трубку диаметром 3—4 мм.

Пробирка типа П2 или П2Т по ГОСТ 25336—82 вместимостью 25 см³.

Пипетка по ГОСТ 20292 74 исполнения 1, 4 или 5 вместимостью 1 см³, исполнения 6 или 7 вместимостью 5 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74 исполнения 2 вместимостью 25 см³ или 50 см³.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в интервале минус 10—15°С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 или вода эквивалентной чистоты.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 75, раствор с массовой долей 2%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., раствор с объемной долей 25%.

Натрий сернистокислый 7-водный, насыщенный раствор.

Реактив фуксинсернистый, готовят по ГОСТ 4517—87.

4.6.2. *Проведение анализа*

10 см³ хлористого метила наливают в предварительно охлажденные до температуры минус 10—15°С градуированную пробирку или цилиндр, закрывают их пробкой с отводной трубкой, ко-

нец которой погружают в такую же пробирку с предварительно налитыми 10 см³ воды.

По окончании испарения хлористого метила 5 см³ водного раствора переносят в пробирку вместимостью 25 см³, добавляют 1 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора марганцовокислого калия и перемешивают. Пробирку выдерживают 5 мин, после чего по каплям (при встряхивании) прибавляют насыщенный раствор сернистокислого натрия до обесцвечивания избытка марганцовокислого калия, вносят пипеткой 1 см³ фуксинсернистого реактива, взбалтывают и оставляют на 1 ч.

Хлористый метил соответствует требованию настоящего стандарта к содержанию метанола, если раствор останется бесцветным.

К оставшемуся водному раствору приливают пипеткой 1 см³ фуксинсернистого реактива, перемешивают и оставляют на 1 ч. Хлористый метил соответствует требованию настоящего стандарта к содержанию карбонильных соединений, если раствор останется бесцветным.

4.4—4.6. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.7. Определение массовой доли воды

Массовую долю воды определяют по ГОСТ 24614—81 или по ГОСТ 14870—77 методом Фишера.

При проведении анализа по ГОСТ 14870—77 массу анализируемой пробы определяют взвешиванием пробоотборника по разности (весы лабораторные ВЛР-10 кг).

Результаты взвешивания в граммах записывают в целых числах.

Взвешенный с пробой продукта пробоотборник закрепляют вертикально. В колбу для титрования вставляют стеклянную трубку со шлифом или в резиновую пробку так, чтобы нижний ее конец был погружен в метанол, но не доставал до дна колбы, а верхний был соединен резиновым шлангом со штуцером пробоотборника. Открывают вентиль пробоотборника и вводят анализируемую пробу продукта под слой метанола, после чего вентиль закрывают и пробоотборник вновь взвешивают. Масса анализируемой пробы должна быть 40—50 г. Допускается отмерять пробу цилиндром (ГОСТ 1770—74 исполнения 1 вместимостью 100 см³), предварительно охлажденным до температуры минус 10—15°С. Анализируемую пробу переносят в перегонную колбу, соединенную с ячейкой для титрования.

Допускается проводить испарение пробы из цилиндра через отводную трубку сразу в ячейку, не переливая ее в перегонную колбу.

При возникновении разногласий в оценке качества продукта

массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870– 77 электрометрическим методом.

4.7, 4.7.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.7.2. **(Исключен, Изм. № 2).**

4.8. Определение объемной доли диметилового эфира

Объемную долю диметилового эфира в хлористом метиле определяют методом газовой хроматографии.

4.8.1. *Аппаратура, реактивы*

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка хроматографическая стеклянная или стальная внутренним диаметром 3 мм, длиной 5 м (допускается использовать две последовательно соединенные колонки длиной 2 и 3 м).

Шприц медицинский стеклянный вместимостью 1 и 5 см³.

Манометр, вакуумметр или мановакуумметр по ГОСТ 2405—88, класс точности 0,6.

Сосуд стеклянный вместимостью 1000 см³, защищенный чехлом из мягкой сетки, снабженный краном и устройством для ввода пробы.

Весы лабораторные ВЛКТ-500 г.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75.

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

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336—82.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147—80 № 4 или 5.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74.

Хроматон N с частицами размером 0,25—0,31 мм.

Дибутилсебацинат, ч.

Азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74 или гелий газообразный.

Водород технический марок А и Б по ГОСТ 3022—80 или водород электролизный от генератора водорода СГС-2.

Воздух сжатый.

Эфир этиловый по ГОСТ 6265—74.

Эфир диметиловый с массовой долей основного вещества не менее 95%.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

4.8.2. *Подготовка к анализу*

4.8.2.1. *Приготовление насадки и заполнение колонки*

Насадку готовят следующим образом: дибутилсебацинат, взятый в количестве 25% от массы хроматона N, и хроматон N взвешивают. Результаты взвешивания записывают в граммах с точностью до второго десятичного знака. Дибутилсебацинат растворяют в этиловом эфире. Приготовленный раствор при непрерывном

перемешивании приливают к хроматону, помещенному в выпарительную чашку. Объем раствора должен быть таким, чтобы хроматон был полностью смочен раствором. Содержимое чашки непрерывно перемешивают до полного удаления этилового эфира (до сыпучего состояния насадки).

Хроматографическую колонку последовательно промывают водой, ацетоном и сушат в токе воздуха при комнатной температуре. Затем в колонку небольшими порциями вносят насадку, уплотняя ее постукиванием или с помощью вибратора с применением вакуумирования (подсоединив противоположный от ввода насадки конец колонки к водоструйному насосу). Концы заполненной колонки закрывают стеклотканью или стекловатой. Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа, не присоединяя к детектору, продувают азотом (гелием) при 50°С в течение 3—4 ч.

Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

4.8.2.2. Хроматографический анализ и градуирование прибора проводят при следующих условиях:

Объемный расход азота (гелия)	15 см³/мин
Объемный расход водорода	25 см³/мин
Соотношение объемных расходов водорода и воздуха	1 : 10
Температура термостата колонок	(20±5)°С
Температура испарителя	(20±5)°С
Объем вводимой пробы	0,5—1,0 см³
Шкала записи хроматограмм	50×10^{-12} А или 4×10^{8} Ом
Продолжительность хроматографического определения	7 мин
Скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч

В зависимости от модели применяемого хроматографа в условия градуирования и работы хроматографа могут быть внесены некоторые изменения с целью достижения полного хроматографического разделения примесей и контроля их содержания с погрешностью, указанной в настоящем стандарте.

Хроматограмма искусственной смеси диметилового эфира и хлористого метила приведена на черт. 2.

4.8.2.3. *Градуирование хроматографа*

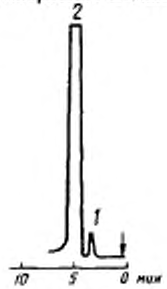
Объемную долю диметилового эфира определяют методом абсолютного градуирования по искусственным смесям.

Градуирование хроматографа осуществляют по искусственным смесям, приготовленным диффузионным методом с использованием стеклянных сосудов. Искусственные смеси готовят в две стадии, применяя метод разбавления. Сначала готовят концентрированную смесь с объемной долей диметилового эфира в диапазоне 0,1—1,0%. Для этого сосуд *1* вакуумируют до остаточного давле-

ния 2500—4000 Па (0,025—0,041 кгс/см²) и шприцем вводят диметиловый эфир в соответствующих количествах. Затем сосуд заполняют азотом до давления 147100 Па (1,5 кгс/см²) и полученную смесь оставляют для диффузионного перемешивания на 30—45 мин. Смесь с объемной долей диметилового эфира 0,001% получают аналогично вышеуказанному способу, используя сосуд *2* и вводя в него из сосуда *1* с помощью шприца смесь в соответствующих количествах. Приготовленную смесь шприцем вводят в испаритель хроматографа 4—5 раз.

Допускается приготовление искусственных смесей другими способами с погрешностью не более 10% заданного значения.

Хроматограмма искусственной смеси диметилового эфира и хлористого метила



1—диметиловый эфир; *2*—хлористый метил

Черт. 2

Объемную долю диметилового эфира (V) в процентах в искусственной смеси вычисляют по формуле

$$V = \frac{V_{r_1} \cdot P_2 \cdot V_{r_2}}{V_{c_1} \cdot P_1 \cdot P_2 \cdot V_{c_2}} \cdot 100,$$

где V_{r_1} — объем вводимого диметилового эфира в сосуд *1*, см³;

P — атмосферное давление, Па (кгс/см²);

V_{r_2} — объем смеси сосуда *1*, введенной в сосуд *2*, см³;

P_1 — давление в сосуде *1*, Па (кгс/см²);

P_2 — давление в сосуде *2*, Па (кгс/см²);

V_{c_1} — объем сосуда *1*, см³;

V_{c_2} — объем сосуда *2*, см³.

Объем диметилового эфира в пробе искусственной смеси (V_1) в кубических сантиметрах, взятый для хроматографирования, вычисляют по формуле

$$V_1 = \frac{V_0 \cdot V}{100},$$

где V_0 — объем пробы искусственной смеси, введенной шприцем в хроматограф, см³;

V — объемная доля диметилового эфира в искусственной смеси, %.

Градуировочный коэффициент (K), см³/мм², вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{\tau \cdot h},$$

где V_1 — объем диметилового эфира в пробе искусственной смеси, взятый для хроматографирования, см³;

τ — расстояние на хроматограмме от ввода пробы до точки пересечения высоты пика диметилового эфира с нулевой линией, мм;

h — высота пика диметилового эфира, мм.

За градуировочный коэффициент принимают среднее арифметическое результатов анализа 3—4 смесей, допускаемое расхождение между которыми не превышает 5% минимального значения при доверительной вероятности $P=0{,}95$, вычисленных с точностью до второго десятичного знака.

Градуирование хроматографа проводят два раза в год, а также при изменении условий хроматографического определения. Стабильность градуировочной характеристики определяют по ГОСТ 8.485—83.

4.8—4.8.2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.8.3. *Проведение анализа*

Шприцем, через который предварительно 5—10 раз прокачивают анализируемый продукт во избежание попадания воздуха, отбирают необходимый объем анализируемого продукта и вводят в испаритель хроматографа. Анализ хлористого метила проводят в условиях, указанных в п. 4.8.2.2.

4.8.4. *Обработка результатов*

Объемную долю диметилового эфира (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2=\frac{K\cdot\tau\cdot h}{V_2}\cdot 100,$$

где K — градуировочный коэффициент диметилового эфира, см³/мм²;

τ — расстояние на хроматограмме от места ввода пробы до точки пересечения высоты пика диметилового эфира с нулевой линией, мм;

h — высота пика диметилового эфира, мм;

V_2 — объем анализируемой пробы, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0005%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения $\pm 0{,}0005\%$ при доверительной вероятности $P=0{,}95$

4.8.3, 4.8.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4.9. Определение массовой доли двуокиси углерода

4.9.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 г.

Колба по ГОСТ 1770—74 вместимостью 1 дм³.

Пипетка по ГОСТ 20292—74 исполнения 6 или 7 вместимостью 10 см³.

Пробирка по ГОСТ 25336—82 типа П40 с взаимозаменяемым конусом 14/23.

Пробирка по ГОСТ 1770—74 исполнения 2 вместимостью 25 см³ с взаимозаменяемым конусом 14/23 с пришлифованной пробкой с отводной трубкой диаметром 3—4 см.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74 исполнения 1 или 3 вместимостью 100 см³.

Аскарит.

Бария гидроокись 8-водная по ГОСТ 4107—78, насыщенный раствор, готовят следующим образом:

(6,20±0,01) г гидроокиси бария помещают в колбу вместимостью 250 см³ и прибавляют 100 см³ воды. Колбу закрывают пробкой, в которую вставлена трубка с химическим поглотителем. Растворяют содержимое при частом встряхивании и оставляют на сутки. После отстаивания прозрачный раствор декантируют в колбу, содержащую небольшое количество бензола или пентана для создания защитного слоя от попадания углекислоты. Перед использованием необходимое количество раствора декантируют или фильтруют.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—87.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79. Раствор готовят следующим образом: взвешивают (0,2000±0,0002) г углекислого натрия, предварительно прокаленного до постоянной массы при температуре 250—300°С, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора в колбе до метки водой и тщательно перемешивают. Полученный раствор содержит 0,2 мг углекислого натрия в 1 см³, что соответствует концентрации 0,083 мг/см³ двуокиси углерода.

Поглотитель химический известковый ХП-И по ГОСТ 6755—88.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.9.2. *Проведение анализа*

10 см³ раствора гидроокиси бария наливают в неградуированную пробирку и плотно закрывают пробкой. Около 17 см³ хлористого метила наливают в градуированную пробирку, предварительно захоложенную до минус 10—15°С, быстро закрывают отводной трубкой со шлифом, испаряют хлористый метил до метки, погружают отводную трубку в пробирку с гидроокисью бария и испаряют хлористый метил (со скоростью 50—60 пузырьков в 30 с) 15 см³ — для 1-го сорта и 1,5 см³ — для 2-го сорта.

Помутнение полученного раствора сравнивают, просматривая на темном фоне, с налитым в такую же пробирку раствором сравнения, представляющим смесь 10 см³ раствора гидроокиси бария и 0,9 см³ раствора углекислого натрия.

Продукт соответствует требованиям настоящего стандарта, если помутнение анализируемой пробы будет не интенсивнее помутнения раствора сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.10. Определение массовой доли фосфорорганических соединений в пересчете на фосфор

4.10.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любой марки

Бюретка по ГОСТ 20292—74 исполнения 7 вместимостью 10 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50 и 250 см³.

Пипетка по ГОСТ 20292—74 исполнения 4 или 5, или 6 вместимостью 5 см³.

Воронка делительная по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100 см³

Пробирки по ГОСТ 25336—82.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Склянка СН-2 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры по ГОСТ 1770—74 исполнения 1 или 3 вместимостью 10, 50 и 500 см³ и исполнения 2 или 4 вместимостью 100 см³.

Чашки выпарительные из фторопласта или платины вместимостью 100 см³.

Аммоний молибденовокислый (парамолибдат), раствор с массовой долей 10%; готовят по ГОСТ 4517—87, п. 2.14.

Бриллиантовый зеленый, спиртовой раствор с массовой долей 0,02%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, перегнанная в стеклянном приборе на шлифах.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5%.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой долей 5%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч. концентрированная и разбавленная водой 1 : 5.

Натрия гидроокись особой чистоты, раствор концентрации c (NaOH) = 0,2 моль/дм³ (0,2 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Раствор, содержащий фосфор, готовят по ГОСТ 4212—76, используя перекристаллизованный из воды фосфорнокислый однозамещенный калий по ГОСТ 4198 –75; рабочие (свежеприготовленные) растворы должны содержать фосфора 0,001 мг/см³ (для продукта 1-го сорта) и 0,01 мг/см³ (для продукта 2-го сорта).

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, х. ч., раствор концентрации

c ($FeSO_4(NH_4)_2 \cdot SO_4 \cdot 6H_2O$) = 0,3 моль/дм³; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 250 см³ помещают (30,00 ± 0,01) г соли Мора, 5 см³ серной кислоты (1 : 5), доводят объем раствора в колбе водой до метки и тщательно перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

Спирт бутиловый по ГОСТ 6006—78.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Смесь бутилового спирта с четыреххлористым углеродом (1 : 2) по объему.

Все водные растворы хранят в полиэтиленовых склянках.

4.10.2. *Подготовка к анализу*

4.10.2.1. *Построение градуировочного графика для продукта первого сорта*

Готовят растворы сравнения, для чего в делительные воронки вместимостью 100 см³ помещают по 50 см³ воды, 1,5 см³ концентрированной серной кислоты и растворы, содержащие 0,002; 0,004; 0,006 и 0,008 мг фосфора. Затем вносят по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, 2 см³ бутилового спирта и энергично встряхивают в течение 2 мин. Добавляют по 10 см³ смеси четыреххлористого углерода и бутилового спирта, экстрагируют в течение 2 мин перемешиванием без встряхивания и оставляют до полного разделения фаз. Затем органический (нижний) слой сливают в сухие пробирки, не допуская попадания воды, добавляют по 1,5 см³ раствора бриллиантового зеленого и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий фосфора.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность контрольного раствора и растворов сравнения по отношению к раствору, содержащему 20 см³ смеси четыреххлористого углерода и бутилового спирта и 3 см³ раствора бриллиантового зеленого. Измерение проводят при длине волны 430—440 нм, используя кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс количество фосфора в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения разностей оптических плотностей растворов сравнения и контрольного раствора.

4.10.2.2. *Построение градуировочного графика для продукта второго сорта*

Готовят растворы сравнения, для чего в мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают по 30 см³ раствора гидроокиси натрия, 1,5 см³ концентрированной серной кислоты и растворы, содержащие 0,01; 0,02; 0,03; 0,05; 0,07 мг фосфора. Затем вносят по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, 2,5 см³ раствора соли Мора, перемешивают, доводят объем раствора в колбе до метки

водой и вновь тщательно перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий фосфора.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны 590—600 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм или на спектрофотометре при длине волны 839 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс количество фосфора в миллиграммах, а на оси ординат—соответствующие им значения оптической плотности.

4.10.1, 4.10.2, 4.10.2.1, 4.10.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.10.3. *Проведение анализа*

20 см³ сжиженного хлористого метила помещают в мерный цилиндр со шлифом, вместимостью 100 см³, предварительно охлажденный до минус 10—15°С, на цилиндр надевают соединительную трубку, к которой присоединяют последовательно две склянки СН-2, содержащие по 10 см³ раствора гидроокиси натрия, и проводят испарение пробы со скоростью 50—60 пузырьков за 30 с. Время испарения (*t*) фиксируют в секундах. После полного испарения хлористого метила раствор из склянок переносят в выпарительную чашку вместимостью 100 см³ и промывают склянки водой по 5 см³ каждую.

Цилиндр промывают 10 см³ раствора гидроокиси натрия и сливают в чашку, где находятся растворы из склянок. Сразу же после этого в цилиндр добавляют 5 см³ раствора марганцовокислого калия и 1,5 см³ концентрированной серной кислоты, оставляют стоять 2—3 мин, затем раствор количественно переносят в ту же чашку, нагревают на электрической плитке до кипения и кипятят 5—7 мин. Избыток марганцовокислого калия восстанавливают раствором гидроксиламина, прибавляя его по каплям до обесцвечивания раствора.

Для продукта первого сорта — после охлаждения раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³ и далее поступают, как указано в п. 4.10.2.1, начиная с добавления в воронку 5 см³ раствора молибденовокислого аммония.

Для продукта второго сорта — после охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ молибденовокислого аммония, 2,5 см³ раствора соли Мора, хорошо перемешивают, доводят объем раствора в колбе водой до метки и измеряют оптическую плотность, как указано в п. 4.10.2.2.

Одновременно проводят контрольный опыт: 20 см³ раствора гидроокиси натрия помещают в склянку СН-2 и выдерживают

в течение времени (t), зафиксированного при испарении 20 см³ хлористого метила. Чистый цилиндр вместимостью 100 см³ ополаскивают 10 см³ раствора гидроокиси натрия и сразу же раствором, состоящим из 5 см³ марганцовокислого калия и 1,5 см³ концентрированной серной кислоты. После этого для продукта первого сорта — переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³, а затем поступают, как указано в п. 4.10.2.1, начиная с добавления 5 см³ молибденовокислого аммония; для продукта второго сорта — переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ молибденовокислого аммония, 2,5 см³ раствора соли Мора, тщательно перемешивают, доводят объем в колбе водой до метки и измеряют оптическую плотность, как указано в п. 4.10.2.2.

По полученным значениям оптической плотности, используя градуировочные графики, находят содержание фосфора в анализируемой пробе и в контрольном опыте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.10.4. *Обработка результатов*

Массовую долю фосфорорганических соединений в пересчете на фосфор в хлористом метиле (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{20 \cdot 0{,}991 \cdot 1000},$$

где m — масса фосфора, найденная по градуировочному графику в анализируемой пробе, мг;

m_1 — масса фосфора, найденная по градуировочному графику в контрольном опыте, мг;

0,991 — плотность сжиженного хлористого метила, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,000003% для первого сорта и 0,00005% для второго сорта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,000003% для первого сорта и ±0,00005% для второго сорта при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Технический хлористый метил заливают в специальные железнодорожные цистерны, предназначенные для перевозки сжиженных газов, баллоны по ГОСТ 949—73, вместимостью 20 – 40 дм³ и баллоны 1—100—20 по ГОСТ 9731—79.

Цистерны и баллоны должны отвечать требованиям, предъявляемым к устройству и безопасной эксплуатации сосудов, рабо-

тающих под давлением, утвержденным в установленном порядке.

На каждый литр емкости тары допускается наполнять не более 0,75 кг хлористого метила.

Рабочее давление хлористого метила в котле цистерны допускается до 1372 Па (14 кгс/см²).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Цистерны и тара, возвращаемая для повторного наполнения, должны иметь избыточное давление не менее 49 кПа (0,5 кгс/см²).

Цистерны перед наливом подвергают внешнему осмотру, проверяют наличие избыточного давления.

5.3. Техническое освидетельствование цистерн, баллонов, их окраска и маркировка должны проводиться в соответствии с требованиями по устройству и эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4. Наружная поверхность цистерн должна быть окрашена масляной краской в светло-серый цвет. Вдоль котла цистерны с обеих сторон по средней линии должны быть нанесены отличительные полосы красного цвета шириной 300 мм.

Кроме того, на цистернах должны быть сделаны надписи краской черного цвета: «Хлорметил», «Сжиженный газ», «Огнеопасно», а также трафарет приписки.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.5. Наружная поверхность баллонов должна быть окрашена эмалевой или масляной краской в красный цвет. Надпись «Хлорметил» должна быть сделана краской белого цвета.

5.6. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением знаков опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 2, подкласс 2.4, черт 6а; 3, классификационный шифр 2413), серийного номера ООН 1063.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.7. После наполнения цистерн и баллонов хлористым метилом запорную арматуру закрывают предохранительным колпаком, который должен быть опломбирован.

5.8. Баллоны с хлористым метилом транспортируют только автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на данном виде транспорта.

Между баллонами должны быть прокладки из деревянных брусков с вырезанными гнездами.

Баллоны с резиновыми кольцами транспортируют без деревянных брусков.

5.7, 5.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.9. При транспортировании хлористого метила должны соблюдаться правила перевозки опасных грузов.

5.10. **(Исключен, Изм. № 2).**

5.11. Баллоны с хлористым метилом хранят в крытых складских помещениях, отвечающих требованиям правил для складов с ядовитыми горючими сжиженными газами

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества технического хлористого метила требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения - 2 месяца со дня изготовления.

6.1, 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Овчинников, В. В. Московцев, Ю. А. Трегер, Г. Г. Жукова, Г. С. Лисецкая, Б. И. Шаталов, Г. Ф. Бакал, Г. П. Гукалова, Л. И. Кутанина, А. И. Кочеровский, Г. Г. Карталова, Е. Б. Светланов, Г. М. Шафер, Е. Г. Фарфель

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.07.80 № 3601

3. **В стандарт введен международный стандарт ИСО 5787—79**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 12794—72**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.485—83	4.8.2.3
ГОСТ 12.1.001—85	2.3, 2.4
ГОСТ 12.1.005—88	2.2
ГОСТ 12.1.011—78	2.1
ГОСТ 12.1.044—89	2.1
ГОСТ 12.4.121—83	2.3
ГОСТ 83—79	4.9.1
ГОСТ 427—75	4.8.1
ГОСТ 949—73	4.1.2, 5.1
ГОСТ 1770—74	4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, 4.9.1, 4.10.1
ГОСТ 2405—88	4.8.1
ГОСТ 2603—79	4.8.1
ГОСТ 3022—80	4.8.1
ГОСТ 4107—78	4.9.1
ГОСТ 4139—75	4.2
ГОСТ 4198—75	4.10.1
ГОСТ 4204—77	4.6.1, 4.10.1
ГОСТ 4208—72	4.10.1
ГОСТ 4212—76	4.10.1
ГОСТ 4517—87	4.5.1, 4.6.1, 4.9.1, 4.10.1
ГОСТ 5072—79	4.5.1, 4.8.1, 4.10.1
ГОСТ 5456—79	4.10.1
ГОСТ 6006—78	4.10.1
ГОСТ 6265—74	4.8.1
ГОСТ 6563—75	4.4.1
ГОСТ 6709—72	4.6.1, 4.10.1
ГОСТ 6755—88	4.9.1

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 9147—80	4.8.1
ГОСТ 9293—74	4.8.1
ГОСТ 9731—79	5.1
ГОСТ 14192—77	5.6
ГОСТ 14870—77	4.7.1
ГОСТ 18300—87	4.10.1
ГОСТ 19433—88	3.1, 5.6
ГОСТ 19908—80	4.4.1
ГОСТ 20288—74	4.10.1
ГОСТ 20292—74	4.6.1, 4.9.1, 4.10.1
ГОСТ 20490—75	4.6.1, 4.10.1
ГОСТ 24614—81	4.9.1
ГОСТ 25336—82	4.3, 4.4.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, 4.9.1, 4.10.1
ГОСТ 25706—83	4.8.1, 4.9.1, 4.10.1
ГОСТ 25794.1—83	4.8.1, 4.10.1
ГОСТ 27025—86	4.10.1
ГОСТ 27057—86	3.4, 4.2

6. Срок действия продлен до 01.07.96 Постановлением Госстандарта от 30.03.90 № 679

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1990 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 7—85, 7—90)

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *М. М. Герасименко*
Корректор *Г. И. Чуйко*

Сдано в наб. 23.05.90 Подп. в печ. 27.06.90 1.5 усл. п. л 1.5 усл кр.-отт. 1.36 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 5 к

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39. Зак. 825.

gost.e-ecolog.ru