

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ГЕКСАХЛОРБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 17445—80

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

А. Ф. Мазанко, М. Б. Скибинская, Г. Г. Жукова, Л. Ю. Нисневич, И. М. Чудновская, Г. М. Шефер, Р. И. Балабан, Г. К. Гончаров, Т. А. Князева

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии **В. Ф. Ростунов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 6 марта 1980 г. № 1031

УДК 661.7:547.539.261:006.354 Группа Л16

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГЕКСАХЛОРБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Hexachlorbenzene technical. Specifications

ГОСТ 17445—80

Взамен ГОСТ 17445—72

ОКП 24 7114 0100 06

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 6 марта 1980 г. № 1031 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.

до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический гексахлорбензол, представляющий собой кристаллический порошок с неприятным специфическим запахом. Технический гексахлорбензол используется как фунгицид для приготовления протравителей семян зерновых культур и в качестве хлорирующей добавки в пиротехнических составах; является полупродуктом для получения пентахлорфенола и пентахлорфенолята натрия.

Эмпирическая формула C_6Cl_6.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 284,784.

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 2756 в части, касающейся метода определения воды.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1980

1.2. По физико-химическим показателям технический гексахлорбензол должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для сортов	
	Высший ОКП 24 7114 0120 02	Первый ОКП 24 7114 0130 00
1. Внешний вид	Порошок от белого до светло-желтого цвета	Порошок от белого до светло-желтого или серого цвета
2. Массовая доля гексахлорбензола, %, не менее	97	95
3. Массовая доля хлориона, %, не более	0,03	0,1
4. Реакция водной вытяжки (pH)	5—7	Не ниже 3
5. Температура плавления, °С	Не ниже 222	Не ниже 220
6. Массовая доля золы, %, не более	0,1	0,2
7. Массовая доля воды, %, не более	0,1	0,1

Примечание. В производстве пиротехнических изделий применяют продукт высшего сорта.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Гексахлорбензол ядовит, действует на печень, центральную нервную и сердечно-сосудистую системы. Обладает кумулятивным эффектом. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 0,9 мг/м³. Класс опасности — второй.

Предельно допустимая концентрация в воде водоемов санитарно-бытового водопользования 0,05 мг/л.

2.2. Гексахлорбензол трудно-горючий кристаллический продукт с температурой кипения 309,4°С при 760 мм рт. ст. При температуре выше 500°С разлагается с выделением токсичных паров хлоридов.

2.3. Все производственные помещения должны быть снабжены приточно-вытяжной вентиляцией. Оборудование должно быть герметичным. Пылящие узлы должны быть с местными отсосами.

2.4. Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой согласно отраслевым нормам и иметь средства защиты органов дыхания, зрения и кожных покровов от пыли продукта (противопылевые респираторы, очки и перчатки из прорезиненной ткани.)

2.5. При работе с продуктом следует соблюдать правила личной гигиены.

При попадании на кожу необходимо тщательно смыть пораженное место теплой водой с мылом. При отравлении через рот пострадавший должен немедленно обратиться к врачу.

2.6. Рассыпанный гексахлорбензол убирают механическим способом.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Гексахлорбензол должен поставляться партиями. За партию принимают любое количество однородного по качеству технического гексахлорбензола, сопровождаемое одним документом о качестве. Документ должен содержать:

полное или условное наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование и сорт продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу нетто;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии партии продукта требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта.

3.2. Приемку гексахлорбензола проводят по ГОСТ 14189—69.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб

4.1.1. Пробы отбирают по ГОСТ 14189—69. Общая масса средней пробы должна быть не менее 200 г. Перед каждым анализом среднюю пробу тщательно перемешивают.

4.2. Внешний вид гексахлорбензола определяют визуально.

4.3. Определение массовой доли гексахлорбензола хроматографическим методом

4.3.1. *Приборы и реактивы*

Хроматограф газовый ЛХМ-7А с детектором по теплопроводности или другой прибор, детектор которого обеспечивает требуемую чувствительность.

Колонки хроматографические стальные длиной 2 м и внутренним диаметром 4 мм.

Микрошприц типа МШМ-60.

Баня водяная.

Шкаф сушильный.

Печь муфельная типа МП-2.

Газ-носитель — гелий.

Лупа измерительная по ГОСТ 8309—75.

Линейка измерительная по ГОСТ 427—75.

Сферохром-1 с частицами размером 0,160—0,315 мм.

Фаза неподвижная полидиэтиленгликольадипинат или полиэтиленгликольадипинат.

Метилен хлористый по ГОСТ 9968—73.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74.

Эфир этиловый медицинский.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 18300—72.

1,2,3-Трихлорбензол с массовой долей основного вещества не менее 95%.

1,2,4-Трихлорбензол с массовой долей основного вещества не менее 95%.

1,2,4,5-Тетрахлорбензол с массовой долей основного вещества не менее 95%.

Пентахлорбензол с массовой долей основного вещества не менее 95%.

Гексахлорбензол хроматографически чистый.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

4.3.2. *Подготовка к анализу*

4.3.2.1. *Приготовление сорбента*

Сорбент готовят следующим образом: сферохром-1 заливают раствором соляной кислоты разбавлением 1:1 (по объему) и кипятят в колбе с обратным холодильником в течение 2 ч, затем отмывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион—хлора (проба с азотнокислым серебром). Обработанный носитель сушат при 150—200°С в течение 2—3 ч, затем прокаливают в муфельной печи при 900°С в течение 2—3 ч, охлаждают в эксикаторе и отсеивают фракцию размером 0,16—0,315 мм.

Неподвижную фазу наносят на твердый носитель из расчета 3% от массы носителя, для этого неподвижную фазу взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в стакан, растворяют в хлороформе или в хлористом метилене и приливают к твердому носителю, помещенному в фарфоровую чашку при непрерывном перемешивании. Количество растворителя должно быть таким, чтобы твердый носитель был полностью смочен раствором. Фарфоровую чашку помещают на водяную баню и, непрерывно перемешивая ее содержимое, испаряют растворитель.

4.3.2.2. *Заполнение колонки*

Чистую сухую хроматографическую колонку заполняют сорбентом небольшими порциями, уплотняя его с помощью вибратора. Концы заполненной колонки закрывают металлической сеткой или стеклянной ватой. Заполненную колонку устанавливают в термостат прибора и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 3—5 ч при 210°С.

Монтаж, наладку и вывод прибора на рабочий режим производят в соответствии с инструкцией по монтажу и эксплуатации хроматографа, прилагаемой к прибору.

4.3.2.3. *Условия градуировки и работы прибора*

Скорость газа-носителя, мл/мин	30
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	400
Температура программирования, °С	60—200
Скорость нагрева термостата колонок, °С/мин	9
Температура термостата детектора, °С	250
Температура испарителя, °С	300
Ток моста детектора устанавливают в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору, мА	(90—105)
Объем вводимой пробы, мкл	30

4.3.2.4. *Градуировка прибора*

Количественное содержание примесей определяют методом «абсолютной градуировки».

Для получения градуировочных коэффициентов готовят три—пять искусственных смесей в бензоле, для этого к 4 г бензола добавляют 1,2 г смеси гексахлорбензола и веществ, содержащихся в гексахлорбензоле в виде примесей в количествах, близких к содержанию их в анализируемом гексахлорбензоле. При этом не надо добиваться полного растворения гексахлорбензола. При приготовлении искусственных смесей все взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г. Приготовленную смесь тщательно перемешивают, отбирают раствор микрошприцем в объеме 30 мкл и вводят в испаритель хроматографа.

Градуировочный коэффициент для каждой примеси (K_i) в процентах на квадратный миллиметр вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i}{S_i},$$

где m_i — массовая доля определяемого компонента, %;

S_i — площадь пика определяемого компонента, мм^2.

Площади пиков (Si) рассчитывают по формуле

$$S_i = h_i \cdot b_i,$$

где h_i — высота пика, мм;

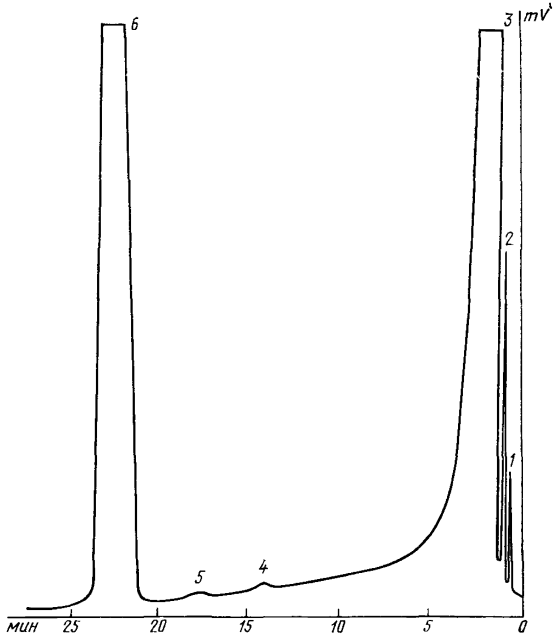
b_i — ширина пика на половине высоты, мм.

4.3.3. *Проведение анализа*

В предварительно взвешенную бюксу помещают 1,2 г анализируемого гексахлорбензола, добавляют 4 г бензола, снова взвешивают и перемешивают. Взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г.

Анализ производят в тех же условиях, в которых проводилась градуировка прибора.

Порядок выхода примесей из хроматографической колонки указан на чертеже.



1, 2—примеси в бензоле (растворителе); *3*—бензол; *4*—1, 2, 3, 4-тетрахлорбензол; *5*—пентахлорбензол; *6*—гексахлорбензол.

4.3.4. *Обработка результатов*

Массовую долю органических примесей (X_i) в процентах в гексахлорбензоле вычисляют по формуле

$$X_i = K_i \cdot S_i,$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси, %/мм²;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм².

Массовую долю гексахлорбензола (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = 100 - (\Sigma X_i + X_в),$$

где ΣX_i — сумма массовых долей органических примесей в гексахлорбензоле, найденных хроматографическим методом, %;

$X_в$ — массовая доля воды, найденная по п. 4.8, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между ко-

торыми не должны превышать для суммы органических примесей 0,3% при доверительной вероятности $P'=0,95$.

4.4. Определение массовой доли хлор-иона

4.4.1. *Реактивы, растворы и приборы*

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,01 н. раствор.

pH-метр—милливольтметр типа pH-340 или другой марки с серебряным и хлорсеребряным (каломельным) электродами.

4.4.2. *Проведение анализа*

Около 5 г гексахлорбензола взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл и растворяют в 100 мл бензола, предварительно нагретого на водяной бане до 60°С.

Если гексахлорбензол полностью не растворяется, то раствор снова подогревают до 60°С на водяной бане и затем переносят в делительную воронку вместимостью 250 мл. Стенки колбы тщательно обмывают 50 мл подогретого бензола, смывая промывной раствор в ту же делительную воронку. Раствор охлаждают до комнатной температуры, прибавляют к раствору 50 мл воды и интенсивно перемешивают в течение 1 мин. После расслаивания водный слой сливают в стакан вместимостью 250 мл, экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 мл воды и собирая водные вытяжки в тот же стакан.

Раствор подкисляют 0,3 мл азотной кислоты и далее проводят потенциометрическое титрование раствором азотнокислого серебра.

Одновременно в тех же условиях с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт и строят кривые титрования.

4.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлор—иона (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2=\frac{(V-V_1)\cdot 0,00035453\cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 0,01 н. раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование пробы, мл, (найденный по кривой титрования);

V_1 — объем точно 0,01 н. раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование в контрольном опыте, мл (найденный по кривой титрования);

0,00035453 — масса хлора, соответствующая 1 мл точно 0,01 н. раствора азотнокислого серебра, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать для высшего сорта — 0,003% и для первого сорта — 0,04% при доверительной вероятности $P' = 0{,}95$.

4.5. Определение реакции водной вытяжки (pH)

4.5.1. Реактивы, растворы и приборы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, с pH 6,7—6,9, готовят добавлением раствора гидроокиси натрия (контроль по лабораторному pH-метру).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,01 н. раствор.

Лабораторный pH-метр—милливольтметр типа pH-340 или другой марки.

4.5.2. *Проведение анализа*

8 г тонкоизмельченного технического гексахлорбензола взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл и приливают 100 мл воды. Колбу с содержимым закрывают пробкой и энергично встряхивают в течение 3 мин. После этого раствор фильтруют и определяют pH фильтрата pH-метром *согласно инструкции, прилагаемой к прибору.*

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 единиц pH.

4.6. Определение температуры плавления проводят по ГОСТ 18995.4—73.

4.7. Определение массовой доли золы проводят по ГОСТ 21119.10—75.

4.8. Определение массовой доли воды проводят по ГОСТ 14870—77, разд. 2, методом визуального титрования. При этом берут навеску препарата — 3 г.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Технический гексахлорбензол упаковывают в четырех-пятислойные мешки бумажные непропитанные, типа НМ с мешками вкладышами по ГОСТ 19360—74 из полиэтиленовой пленки толщиной не менее 0,1 мм.

Горловину вкладыша заваривают, а бумажный мешок зашивают, не прокалывая вкладыша.

Масса нетто одного мешка должна быть не более 30 кг.

5.2. Маркировку транспортной тары проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 14192—77 со следующими дополнительными данными:

полное или условное наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование и сорт продукта;

номер партии;
дату изготовления;
массу нетто;
обозначение настоящего стандарта.

На каждое тарное место наносится знак опасности 6 класса, подкласс — 6.1; «Яд» в соответствии с ГОСТ 19433—74.

5.3. Гексахлорбензол транспортируют железнодорожным, автомобильным и водным транспортом с соблюдением правил перевозки, действующими на соответствующем виде транспорта.

5.4. Гексахлорбензол хранят в закрытых складских помещениях.

5.5. При хранении мешки с гексахлорбензолом укладывают на деревянные настилы в штабели, высотой не более 3,0 м.

5.6. При транспортировании гексахлорбензола транспортными пакетами должны применяться плоские деревянные поддоны по ГОСТ 9557—73. Транспортирование пакетами осуществляется в соответствии с требованиями ГОСТ 21929—76.

5.7. При отгрузке гексахлорбензола в районы Крайнего Севера и отдаленные районы тара должна соответствовать ГОСТ 15846—79.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие гексахлорбензола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения гексахлорбензола — три года со дня изготовления.

6.3. По истечении гарантийного срока хранения гексахлорбензол перед использованием потребителем должен быть предварительно проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *В. Ю. Смирнова*
Корректор *М. А. Онопченко*

Сдано в наб. 17.03.80 Подп. к печ. 16.05.80 0,75 п. л. 0,62 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1017

Изменение № 1 ГОСТ 17445—80 Гексахлорбензол технический. Технические условия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.12.85 № 4254 срок введения установлен

с 01.07.86

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на $см^3$.

Вводная часть. Последний абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблица. Графа «Высший сорт». Для показателя 1 заменить слово: «цвета» на «или светло-розового цвета»;

заменить нормы: 97 на 98; 222 на 225; для показателя 6: 0,1 на 0,05;

графа «Первый сорт». Заменить норму: 95 на 96;

примечание изложить в новой редакции: «Примечание. Продукт высшего сорта предназначен для производства пиротехнических изделий».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Гексахлорбензол — высокоопасное вещество (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007—76). Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны — 0,9 $мг/м^3$, предельно допустимая концентрация в воде водоемов санитарно-бытового пользования — 0,05 $мг/дм^3$.

Гексахлорбензол действует на печень, центральную нервную и сердечно-сосудистую системы. Обладает кумулятивным эффектом, может проникать через кожу».

Пункт 2.2 дополнить словами: «Пылевоздушная смесь не взрывоопасна».

Пункт 2.3. Заменить слово: «Ооборудование» на «Оборудование».

Пункт 3.1. Первый абзац после слов «любое количество» дополнить словами: «но не более 60 т»;

второй абзац. Исключить слова: «полное или условное».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции: «3.2. Для проверки соответствия качества гексахлорбензола требованиям настоящего стандарта объем выборки продукта — 10 % мешков, но не более трех».

(Продолжение см. с. 214)

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.3, 3.4: «3.3. Для продукта, предназначенного для изготовления пиротехнических изделий, перечень контролируемых показателей и периодичность контроля определяет заказчик.

3 4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке Результаты повторного анализа распространяются на всю партию».

Пункт 4.1.1 изложить в новой редакции: «4.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 14189—81. Масса средней пробы должна быть не менее 200 г. Перед каждым анализом среднюю пробу тщательно перемешивают».

Пункт 4.3.1 дополнить абзацем (после четвертого): «Стаканчик для взвешивания типа СВ по ГОСТ 25336—82 диаметром 25 мм»;

девятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 8309—75 на ГОСТ 25706—83;

шестнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Эфир этиловый по ГОСТ 6265—74»;

семнадцатый абзац дополнить словами: «или вода эквивалентной чистоты»;

дополнить абзацами: «1, 2, 3, 4 — тетрахлорбензол хроматографически чистый.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г».

Пункт 4.3.2.1. Третий абзац. Заменить слова: «с погрешностью не более 0,1 г» на «записывая результат взвешивания в граммах с точностью до первого десятичного знака».

Пункт 4 3.2.3. Заменить единицу: мл/мин на $см^3$/мин.

Пункт 4 3.2.4. Второй абзац. Заменить слова: «Количественное содержание» на «Массовую долю»;

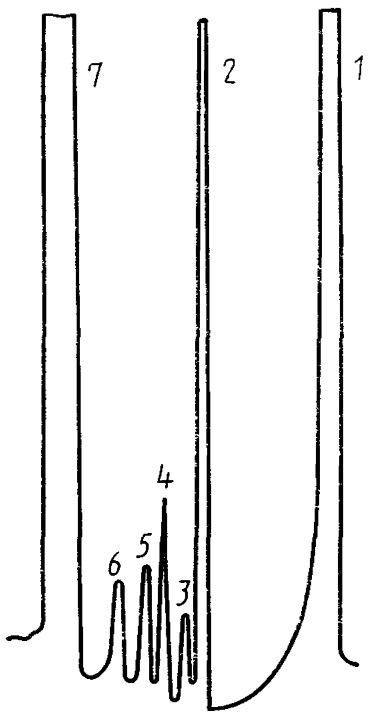
третий абзац Заменить слова и единицу: «все взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г» на «результаты взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака»; мкл на $мм^3$.

Пункт 4.3.3. Второй абзац. Заменить слова: «взвешенную бюксу» на «взвешенный стаканчик для взвешивания», «Взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г» на «Результаты взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака»;

(Продолжение см. с. 215)

чертеж заменить новым:

Типовая хроматограмма технического гексахлорбензола



1—бензол; *2*—*1, 2, 4*—трихлорбензол; *3*—*1, 2, 3*—трихлорбензол; *4*—*1, 2, 4, 5*—тетрахлорбензол; *5*—*1, 2, 3, 4*—тетрахлорбензол; *6*—пентахлорбензол; *7*—гексахлорбензол

Пункт 4.3.4. Экспликация к формуле. Исключить слова: «найденных хроматографическим методом»;

заменить слова: «найденная» на «определяемая».

Пункт 4.4.1. Третий абзац дополнить словами: «или вода эквивалентной чистоты»;

пятый абзац. Заменить слова: «0,01 н. раствор» на «раствор концентрации с ($AgNO_3$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.3—83»;

дополнить абзацами: «Цилиндр по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 см³.

Пипетка по ГОСТ 20292—74 вместимостью 0,5 см³.

Бюретка с ценой деления 0,05 см³ по ГОСТ 20292—74 вместимостью 25 см³.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г».

Пункт 4.4.2. Второй абзац. Заменить слова: «с погрешностью не более 0.01 г» на «записывая результат взвешивания в граммах с точностью до второго десятичного знака»;

третий абзац. Заменить слово: «раствор» на «смесь». Пункт 4.4.3. Экспликацию в формуле изложить в новой редакции: «где V — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование пробы, см³ (найденный по кривой титрования);

(Продолжение см. с. 216)

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3 (найденный по кривой титрования);

0,00035453 — масса хлора, соответствующая 1 см^3 раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,01 моль/дм^3, г;

m — масса навески гексахлорбензола, г».

Пункт 4.5.1. Второй абзац после ссылки: «по ГОСТ 6709—72» дополнить словами: «или вода эквивалентной чистоты»;

третий абзац. Заменить слова: «0,01 н. раствор» на «раствор концентрации с (NaOH) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

дополнить абзацем: «Цилиндр по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 см^3».

Пункт 4.5.2. Второй абзац. Заменить слова: «с погрешностью не более 0,01 г» на «записывая результат взвешивания в граммах с точностью до второго десятичного знака».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

5.1. Гексахлорбензол упаковывают в четырех-, пятислойные открытые бумажные мешки марки НМ по ГОСТ 2226—75 с мешками-вкладышами из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354—82 толщиной не менее 0,100 мм.

Горловина вкладыша должна быть заварена, бумажный мешок должен быть зашит машинным способом без проколов вкладыша.

Масса нетто одного мешка не должна превышать 30 кг.

5.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционного знака «Боится сырости».

На каждый мешок с продуктом наносят следующие дополнительные обозначения:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта и его сорт;

номер партии и дату изготовления;

массу нетто;

знак опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 6, подкласс 6.2), шифр группы 6213;

обозначение настоящего стандарта.

5.3. Гексахлорбензол транспортируют железнодорожным, автомобильным и водным транспортом в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на транспорте данного вида. Железнодорожным транспортом — повагонно, в специально арендованных грузоотправителем вагонах.

5.4. Железнодорожным и водным транспортом гексахлорбензол должен перевозиться транспортными пакетами в соответствии с ГОСТ 21929—76, на плоских деревянных поддонах по ГОСТ 9557—73 размером 800×1200 мм.

На поддон укладывают в каждом ряду три мешка — два вдоль и один поперек с последующей связкой мешков в следующем ряду — один вдоль и два поперек.

Размеры пакета должны соответствовать ГОСТ 24597—81.

Масса брутто пакета не должна превышать 1 т.

Средства скрепления — по ГОСТ 21650—76.

5.5. Гексахлорбензол хранят в упаковке изготовителя в закрытых складских неотапливаемых помещениях, исключающих попадание влаги, отдельно от фуражных и пищевых продуктов».

Пункт 6.1. Заменить слова: «должен гарантировать» на «гарантирует».

Пункт 6.3 исключить.

(ИУС № 3 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 17445—80 Гексахлорбензол технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 755

Дата введения 01.01.91

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 24 7114 0100 06 на ОКП 24 7114 0100.

Вводная часть. Третий абзац. Заменить обозначение: «1971 г.) — 284,784» на «1985 г.) — 284,78».

Пункт 1.2. Таблицу изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма для сорта	
	Высший ОКП 24 7114 0120	1-й ОКП 24 7114 0130
1. Внешний вид	Порошок от белого до желтоватого или розоватого цвета	Порошок от белого до желтоватого или серого цвета
2. Массовая доля гексахлорбензола, %, не менее	98	96
3. Массовая доля хлоридов в пересчете на хлор, %, не более	0,03	0,1

(Продолжение см. с. 192)

Продолжение

Наименование показателя	Норма для сорта	
	Высший ОКП 24 7114 0120	1-й ОКП 24 7114 0130
4. pH водной вытяжки	5—7	Не ниже 3
5. Температура плавления °С, не ниже	225	220
6. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,05	0,2
7. Массовая доля воды, %, не более	0,1	0,1

Пункт 2.4 изложить в новой редакции: «2.4. При работе с гексахлорбензолом необходимо применять средства индивидуальной защиты (противопылевые респираторы, очки и перчатки из прорезиненной ткани)».

Пункт 2.5 исключить.

Пункт 3.1 дополнить абзацем (после шестого): «классификационный шифр по ГОСТ 19433—88 (6163)».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции: «3.3. Массовую долю хлоридов и массовую долю остатка после прокаливания изготовитель определяет периодически не реже одного раза в квартал.

При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний изготовитель проверяет каждую партию до получения удовлетворительных результатов не менее чем на трех партиях подряд».

(Продолжение см. с. 193)

Раздел 4 дополнить пунктом — 4 2*а* (перед п 4 2)

«4 2а 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 реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте»

Пункт 4 2 изложить в новой редакции «4 2 Внешний вид продукта определяют визуально при рассеянном дневном свете на матово белом фоне, насыпав продукт слоем толщиной 3—5 мм на площади не менее 50×50 мм»

Пункты 4 3 — 4 5 2 изложить в новой редакции

«4 3. Определение массовой доли гексахлорбензола

Массовую долю гексахлорбензола определяют, вычитая из 100 % массовую долю воды и сумму массовых долей органических примесей Массовую долю органических примесей в техническом гексахлорбензоле определяют методом газожидкостной хроматографии

4 3 1 *Аппаратура реактивы и растворы*

Хроматограф газовый лабораторный с детектором по теплопроводности

Колонка газохроматографическая стальная или стеклянная длиной 3 м внутренним диаметром 3 мм

Весы лабораторные общего назначения 2 го и 3 го классов точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75

Термометр любого типа, позволяющий измерять температуру в интервале от 0 до 200 °С

Секундомер по ГОСТ 5072—79

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

Микрошприц типа МШ 10

Чашка выпарительная № 4 или 5 по ГОСТ 9147—80

Колба типа Кн исполнения 1 по ГОСТ 25336—82 вместимостью 25 см^3

Носитель твердый сферохром 1 цветохром 1КМ или хроматон N AW с частицами размером 0,20—0,25 мм или 0,250—0,315 мм

Фаза жидкая неподвижная полиэтиленгликольадипинат или полидиэтиленгликольадипинат

Газ-носитель гелий газообразный марки А

Метилен хлористый по ГОСТ 9968—86

Бензол по ГОСТ 5955—75, х ч

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—88 или фармакопейный

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 1 (по объему)

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 или вода эквивалентной чистоты

Ацетон по ГОСТ 2603—79 или ацетон технический по ГОСТ 2768—84

п дихлорбензол (1,4 дихлорбензол), ч

1, 2, 3 трихлорбензол с массовой долей основного вещества не менее 95 %

1, 2, 4 трихлорбензол, ч

1, 2, 3, 4 тетрахлорбензол с массовой долей основного вещества не менее 95 %

1, 2, 4, 5 тетрахлорбензол с массовой долей основного вещества не менее 95 %

Пентахлорбензол с массовой долей основного вещества не менее 95 %

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75

4 3 2 *Подготовка к анализу*

4 3 2 1 *Приготовление сорбента и заполнение хроматографической колонки*

Твердый носитель сферохром 1 кипятят в колбе с обратным холодильником в растворе соляной кислоты в течение 2 ч затем промывают водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с азотнокислым серебром) Обработанный носитель сушат в сушильном шкафу при 150—200 °С в течение 2—3 ч, затем прокаливают в муфельной печи при 900 °С в течение 2—3 ч, охлаждают в эк-

(Продолжение см с 194)

сикаторе и отсеивают требуемую фракцию. Твердые носители хроматон N-AW и цветохром 1КМ используют для приготовления сорбента без обработки.

Сорбент готовят следующим образом: хроматон N-AW (или сферохром-1, цветохром-1КМ) и полиэтиленгликольадипинат (или полидиэтиленгликольадипинат), взятый в количестве 3 % от массы твердого носителя, взвешивают. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака. Полиэтиленгликольадипинат растворяют в хлороформе или хлористом метилене. Приготовленный раствор при непрерывном перемешивании приливают к твердому носителю, помещенному в выпарительную чашку. Количество раствора должно быть таким, чтобы носитель был полностью покрыт раствором. Подогревая чашку со смесью на водяной бане при температуре (45±5) °С и непрерывно перемешивая ее содержимое, выпаривают растворитель до сыпучего состояния сорбента.

Хроматографическую колонку последовательно промывают водой, этиловым спиртом, ацетоном и сушат сжатым воздухом. Затем в колонку вносят небольшими порциями сорбент и уплотняют его с помощью вибратора (или постукиванием) и водоструйного (или вакуумного) насоса, подсоединенного к противоположному от ввода насадки концу колонки. Концы заполненной колонки закрывают стекловатой или стеклотканью. Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа, не присоединяя к детектору, и продувают ее газом-носителем в течение 8—10 ч, постепенно повышая температуру от комнатной до 210 °С, затем в течение 3—5 ч при 210 °С.

4.3.2.2. *Режим градуирования и работы хроматографа*

Хроматографический анализ и градуирование прибора проводят при следующих условиях

Объемный расход газа-носителя	30 $см^3$/мин
Температура термостата колонок	60—200 °С
Скорость нагрева термостата колонок (после ввода пробы в испаритель)	9 °С/мин
Температура термостата детектора	250 °С
Температура испарителя	300 °С
Ток моста детектора	110—120 мА
Скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч
Шкала записи хроматограммы	$(2—8)\cdot10^8$ Ом; $(2—10)\cdot10^{-10}$ А
Объем вводимой пробы	10 $мм^3$

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

4.3.2.3. *Градуирование хроматографа*

Массовую долю органических примесей в гексахлорбензоле определяют методом «абсолютной градуировки». Градуирование хроматографа осуществляют по 4—5 искусственным смесям. Искусственные смеси готовят следующим образом: в стеклянный сосуд вместимостью 15—20 $см^3$, закрытый эластичной прокладкой, последовательно помещают определяемые компоненты и 8—10 г бензола. Если сосуд не имеет навинчивающейся крышки, прокладку укрепляют с помощью зажимного устройства любого типа. Зажимное устройство не должно препятствовать вводу иглы микрошприца в сосуд. Массовая доля каждого определяемого компонента в смеси должна составлять 0,5—3,0 % от массы бензола. При приготовлении искусственных смесей результаты взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Приготовленные смеси перемешивают, отбирают микрошприцем не менее двух раз по 10 $мм^3$ смеси и вводят в испаритель хроматографа.

Градуировочный коэффициент каждого компонента (K_i) в процентах на квадратный миллиметр вычисляют по формуле

(Продолжение см. с. 195)

$$K_i = \frac{m_i}{S_i},$$

где m_i — массовая доля определяемого компонента, %,

S_i — площадь пика определяемого компонента, мм²

Площадь пика вычисляют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты, с учетом масштаба записи

Результаты вычислений градуировочных коэффициентов записывают с точностью до второго десятичного знака

За градуировочный коэффициент для каждого компонента принимают среднее арифметическое результатов всех определений

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата определения градуировочных коэффициентов ±10 % при доверительной вероятности $P=0,95$

Проверку градуировочных коэффициентов проводят не менее одного раза в квартал, а также после смены сорбента в колонке и изменения условий определения. Стабильность градуировочных коэффициентов определяют по ГОСТ 8.485—83

4.3.3 *Проведение анализа*

Около 1,8 г анализируемого продукта взвешивают в колбе или стеклянном сосуде, закрытом укрепленной эластичной прокладкой, и добавляют к нему 13 см³ бензола. Полученную смесь перемешивают в течение 30 с, не достигая при этом полного растворения гексахлорбензола. После отстаивания полученной суспензии отбирают микрошприцем не менее двух раз по 10 мм³ раствора и вводят в испаритель хроматографа. Анализ проводят в тех же условиях, в которых проводили градуирование прибора

Типовая хроматограмма технического гексахлорбензола приведена на чертеже

4.3.4 *Обработка результатов*

Массовую долю каждой примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = K_i S_i,$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси, %/мм²,

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²

Массовую долю гексахлорбензола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - (\Sigma X_i + X_в),$$

где ΣX_i — сумма массовых долей органических примесей, %,

$X_в$ — массовая доля воды, определяемая по п. 4.8, %

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 % для продукта высшего сорта и 0,5 % для продукта первого сорта, при доверительной вероятности $P=0,95$

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,3 % для продукта высшего сорта и ±0,5 % для продукта первого сорта при доверительной вероятности $P=0,95$

4.4 Определение массовой доли хлоридов в пересчете на хлор

4.4.1 *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г

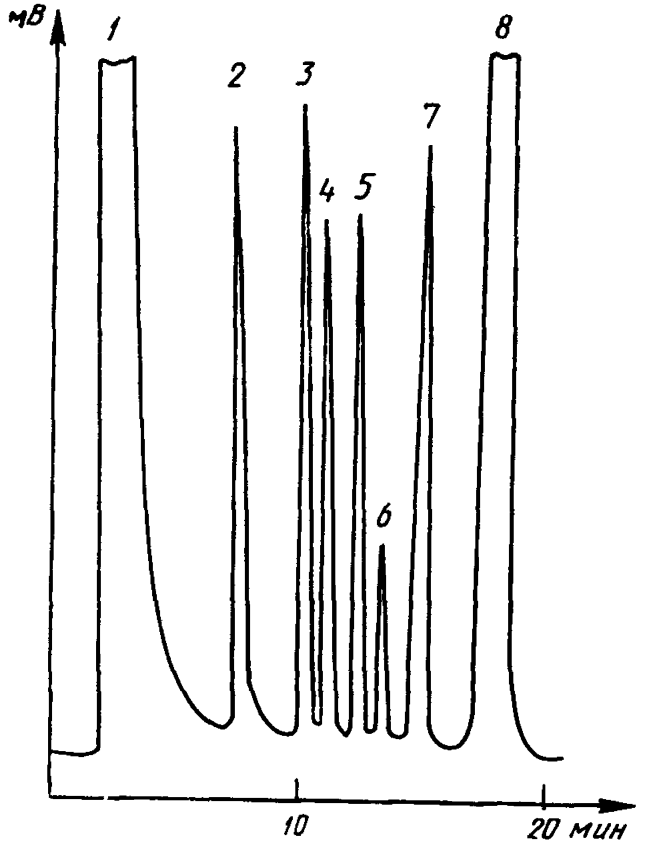
Пипетка исполнения 4 или 5 по ГОСТ 20292—74 вместимостью 1 см³

Бюретка с ценой деления 0,05 см³ по ГОСТ 20292—74 вместимостью 25 см³.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в интервале от 0 до 100 °С

(Продолжение см. с. 196)

Типовая хроматограмма технического гексахлорбензола



1 — бензол; *2* — 1,4-дихлорбензол; *3* — 1,2,4-трихлорбензол *4* — 1,2,3-трихлорбензол; *5* — 1,2,4,5-тетрахлорбензол; *6* — 1,2,3,4-тетрахлорбензол; *7* — пентахлорбензол; *8* — гексахлорбензол

Колба типа Кн по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³.

Воронка типа ВД по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³.

Стакан по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³.

pH-метр-милливольтметр типа pH-340 или другого типа с серебряным и хлорсеребряным (каломельным) электродами.

Перед применением поверхность серебряного электрода чистят тонкой наждачной бумагой и погружают в азотную кислоту до выделения пузырьков на поверхности металла. При повторном использовании серебряный электрод помещают последовательно в аммиак и азотную кислоту.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации $c(AgNO_3) = 0{,}01$ моль/дм³ (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.3—83.

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

4.4.2. *Проведение анализа*

4,5—5,5 г анализируемого продукта взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до второго десятичного знака, помещают в коническую колбу и растворяют в 100 см³ бензола, предварительно нагретого на водяной бане до (60±5) °С.

Если гексахлорбензол полностью не растворяется, то смесь снова подогревают до (60±5) °С на водяной бане и затем переносят в делительную воронку.

(Продолжение см. с. 197)

Стенки колбы обмывают 50 см³ подогретого бензола, помещая промывной раствор в ту же делительную воронку. Раствор охлаждают до комнатной температуры, прибавляют к раствору 50 см³ воды и интенсивно перемешивают в течение 1 мин. После расслаивания водный слой сливают в стакан. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 см³ воды и собирая вытяжки в тот же стакан.

Раствор подкисляют 0,3 см³ азотной кислоты и далее проводят потенциометрическое титрование раствором азотнокислого серебра. Объем раствора азотнокислого серебра, соответствующий точке эквивалентности, определяют расчетным путем методом второй производной или графически — по кривой титрования.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт.

4.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлоридов в пересчете на хлор (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}0003545 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

0,0003545 — масса хлора, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,01 моль/дм³, г;

m — масса навески продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,003 % для продукта высшего сорта и 0,01 % для продукта первого сорта, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,003 % для продукта высшего сорта и ±0,01 % для продукта первого сорта при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.5. Определение pH водной вытяжки

4.5.1. *Аппаратура и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения 3-го или 4-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Колба типа Кн по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³.

(Продолжение см. с. 198)

pH-метр-милливольтметр типа pH-340 или другого типа

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

Фильтр обеззоленный или бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76

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

4.5.2 *Проведение анализа*

7,5 — 8,5 г тонко измельченного анализируемого продукта взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до второго десятичного знака, помещают в колбу и приливают 100 см³ воды. Колбу с содержимым закрывают пробкой и энергично встряхивают в течение 3 мин. Затем раствор фильтруют и определяют pH фильтрата на pH-метре согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2 единицы pH, при доверительной вероятности $P=0,95$

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа ±0,2 единицы pH при доверительной вероятности $P=0,95$»

Пункты 4.7, 4.8 изложить в новой редакции:

«4.7 Определение массовой доли остатка после прокаливания

Массовую долю остатка после прокаливания определяют по ГОСТ 27184—86 (п. 2.2). Масса навески анализируемого продукта — 10 г.

4.8 Определение массовой доли воды

Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870—77 методом Фишера. Масса навески анализируемого продукта — 3 г. В качестве растворителя используют смесь 100 см³ обезвоженного толуола и 30 см³ обезвоженного метанола.

При разногласиях в оценке массовой доли воды определение проводят электрометрическим титрованием»

Пункт 5.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2226—75 на ГОСТ 2226—88

Пункт 5.2. Первый абзац дополнить словами: «и знака опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 66, классификационный шифр 6163), серийного номера ООН 2729»,

седьмой абзац исключить.

Пункт 5.3 изложить в новой редакции: «5.3 Гексахлорбензол транспортируют железнодорожным, автомобильным и водным транспортом в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

Железнодорожным транспортом гексахлорбензол транспортируют повагонно».

Пункт 5.4. Заменить ссылку: ГОСТ 9557—73 на ГОСТ 9557—87; исключить ссылку: ГОСТ 21929—76.

(ИУС № 7 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru