



20015-88  
Изд. 1

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

**ХЛОРОФОРМ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 20015—88

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

**ХЛОРОФОРМ****Технические условия**Chloroform.  
Specifications**ГОСТ 20015—88****ОКП 24 1213 0000**

**Срок действия с 01.01.90  
до 01.01.95**

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на хлороформ, используемый в производстве хладагентов, фторопластов, в химическом анализе, в качестве растворителя, в медицинской промышленности, в производстве душистых веществ и других отраслях промышленности.

По внешнему виду хлороформ представляет собой бесцветную прозрачную жидкость с характерным запахом.

Формула  $\text{CHCl}_3$ .

Молекулярная масса (по международным атомным маскам 1985 г.) — 119,37.

**1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

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

1.2. В зависимости от назначения хлороформ изготавливают двух марок: очищенный и технический.

Очищенный хлороформ используется в производстве хладагентов, фторопластов, в химическом анализе, технический — в качестве растворителя в различных отраслях промышленности.

**1.3. Характеристики**

1.3.1. Хлороформ стабилизируют техническим ректифицированным этиловым спиртом (ГОСТ 18300) в количестве до 1 % (по массе).

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot m_{97} \cdot 100}{S_{97} \cdot m},$$

где  $K_i$  — традиционный коэффициент определяемой примеси;  
 $S_i$  — площадь пика определяемой примеси,  $\text{мм}^2$ ;  
 $m_{97}$  — масса «внутреннего эталона», г;  
 $S_{97}$  — площадь пика «внутреннего эталона»,  $\text{мм}^2$ ;  
 $m$  — масса навески хлороформа, взятой для анализа, г.

Массовую долю суммы хлороганических примесей в хлороформе ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \sum X_i,$$

где  $X_i$  — массовая доля каждой примеси в хлороформе, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений суммы примесей, абсолютные допускаемые расхождения между которыми не должны превышать  $2,5 \cdot 10^{-3}\%$  для очищенного хлороформа и  $0,13\%$  для технического хлороформа при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения  $\pm 5 \cdot 10^{-3}\%$  для очищенного хлороформа и  $\pm 0,26\%$  для технического хлороформа при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

### 3.7. Определение массовой доли кислот в пересчете на соляную кислоту

#### 3.7.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 3-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Бюretka по ГОСТ 20292 вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Воронка делительная по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Колба коническая по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись, раствор концентрации  $c(\text{NaOH}) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$ ; готовят по ГОСТ 25794.1.

Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей 1%; готовят по ГОСТ 4919.1.

#### 3.7.2. Проведение анализа

В делительную воронку помещают 100 г (67,5 см<sup>3</sup>) продукта (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) и 50 см<sup>3</sup> воды и встряхивают в течение 2 мин. После расслоения фаз водный слой количественно переносят в колбу, прибавляют 3—4 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, устойчивой в течение 15—20 с. Одновременно проводят

контрольный опыт, для чего к 50 см<sup>3</sup> воды прибавляют 3—4 капли раствора фенолфталеина и титруют, как указано выше.

### 3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на соляную кислоту ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0007292 \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,02 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,02 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольного раствора, см<sup>3</sup>;

0,0007292 — масса соляной кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,02 моль/дм<sup>3</sup>, г;

$m$  — масса анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые абсолютные расхождения между которыми не должны превышать 1·10<sup>-4</sup> % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения  $\pm 1 \cdot 10^{-4} \%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

### 3.8. Определение массовой доли альдегидов в пересчете на уксусный альдегид

Массовую долю альдегидов в пересчете на уксусный альдегид определяют по ГОСТ 16457 визуально-колориметрически. При этом в делительную воронку вместимостью 100—250 см<sup>3</sup> помещают (40±0,001) г продукта, 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и встряхивают в течение 5 мин. После расслоения фаз водный слой количественно переносят в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и далее определение проводят по ГОСТ 16457.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если розовая окраска анализируемого раствора будет не темнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего 0,2 мг ацетальдегида.

## 4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

### 4.1. Хлороформ транспортируют в железнодорожных цистернах, принадлежащих изготовителю или потребителю, в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на железнодорожном транспорте.

Хлороформ марки «Очищенный» транспортируют в цистернах с котлами из нержавеющей стали марок X18H10T или X18H9T по

## 6. 12 ГОСТ 20015—88

ГОСТ 5632 или из биметалла с внутренним слоем из нержавеющей стали.

Нестабилизированный продукт транспортируют в железнодорожных цистернах под избыточным давлением (не менее 0,7 кгс/см<sup>2</sup>) азота по ГОСТ 9293.

По согласованию с потребителем допускается транспортировать нестабилизированный хлороформ в железнодорожных цистернах с котлами из нержавеющей стали или из биметалла с внутренним слоем из нержавеющей стали без азота.

Степень (уровень) заполнения цистерн вычисляют с учетом полного использования грузоподъемности (вместимости) и объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

4.2. Хлороформ транспортируют в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

Железнодорожным транспортом хлороформ перевозят повагонными и мелкими отправками.

Хлороформ в бочках вместимостью 100 дм<sup>3</sup> и хлороформ в мелкой фасовке, упакованный в деревянные ящики, транспортируют в пакетированном виде в соответствии с требованиями ГОСТ 21929, ГОСТ 21140, ГОСТ 21650, ГОСТ 26668, ГОСТ 24597 на плоских деревянных поддонах по ГОСТ 9557.

4.3. Хлороформ в бочках и в мелкой фасовке хранят в крытых неотапливаемых складских помещениях, отвечающих требованиям, предъявляемым к складам, предназначенным для хранения ядовитых веществ.

## 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие хлороформа требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения стабилизированного хлороформа — 3 мес со дня изготовления.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

### ИСПОЛНИТЕЛИ

И. А. Дьяконов, канд. техн. наук (руководитель темы);  
 З. М. Ривина, канд. хим. наук; Ю. А. Трепер, д-р хим. наук;  
 В. Н. Розанов, канд. хим. наук; Е. В. Гвозд; И. Н. Кожухова,  
 канд. хим. наук; Ю. А. Боровлев; Т. А. Сушко; М. А. Алешина;  
 В. С. Чурилин, канд. хим. наук; С. А. Арыстанбекова, канд.  
 хим. наук; И. М. Чудновская

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.12.88 № 4454**

**3. СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ — 1992 г.**

**4. ВЗАМЕН ГОСТ 20015—74**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.489—83	3.6.2.3	ГОСТ 9293—74	3.6.1, 4.1
ГОСТ 12.1.007—76	1.4.2	ГОСТ 9557—87	4.2
ГОСТ 12.4.121—83	1.4.4	ГОСТ 9968—86	3.6.1
ГОСТ 4—84	3.6.1	ГОСТ 14192—77	1.5.2
ГОСТ 427—75	3.6.1	ГОСТ 14870—77	3.5
ГОСТ 1770—74	3.6.1, 3.7.1	ГОСТ 16457—76	3.8
ГОСТ 2603—79	3.6.1	ГОСТ 17366—80	1.6.1
ГОСТ 2769—78	3.6.1	ГОСТ 18300—87	1.3.1, 3.6.1
ГОСТ 3022—80	3.6.1	ГОСТ 18573—86	1.6.2
ГОСТ 3885—73	1.6.2, 2.3, 3.1	ГОСТ 18995.1—73	3.3
ГОСТ 4517—87	3.7.1	ГОСТ 19433—88	1.5.2
ГОСТ 4919.1—77	3.7.1	ГОСТ 19908—80	3.4
ГОСТ 5072—79	3.6.1	ГОСТ 20292—74	3.7.1
ГОСТ 5632—72	3.1, 4.1	ГОСТ 21140—88	4.2
ГОСТ 5728—76	3.6.1	ГОСТ 21650—76	4.2
ГОСТ 5959—80	1.6.2	ГОСТ 21929—76	4.2
ГОСТ 6563—75	3.4	ГОСТ 24104—88	3.6.1, 3.7.1
ГОСТ 6709—72	3.6.1	ГОСТ 24597—81	4.2
ГОСТ 9147—80	3.6.1	ГОСТ 24614—81	3.5
		ГОСТ 25336—82	3.6.1, 3.7.1

*Продолжение*

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 25706—83	3.6.1	ГОСТ 26668—85	4.2
ГОСТ 25794.1—83	3.7.1	ГОСТ 27025—86	Разд. 3
ГОСТ 26155—94	1.6.1	ГОСТ 27026—86	3.4

Редактор *Н. П. Щукина*Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*Корректор *О. Я. Чернецова*

Сдано в наб. 17.01.89 Подп. в печ. 14.03.89 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,92 уч.-изд. л.  
 Тираж 8000 Цена 6 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,

Новопресненский пер., 3.

Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 148

## Изменение № 1 ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2132

Дата введения 01.07.92

Вводная часть. Последний абзац. Заменить слово: «Молекулярная» на «Относительная молекулярная»;

дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта являются обязательными».

Пункт 1.3.2. Таблицу изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма для хлороформа		
	очищенного		технического
	Высший сорт ОКП 24 1213 0120	Первый сорт ОКП 24 1213 0130	
1. Плотность при 20 °С, г/см <sup>3</sup>	1,473— —1,490	1,473— —1,491	1,471— —1,490
2. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,001	0,001	0,001
3. Массовая доля воды, %, не более	0,06	0,10	0,10
4. Массовая доля хлорогранических примесей, %, не более	0,025	0,045	1,3
5. Массовая доля кислот в пересчете на соляную кислоту, %, не более	0,001	0,002	0,002
6. Массовая доля альдегидов в пересчете на уксусный альдегид, %, не более	0,0005	0,0005	—

Пункт 1.4.2 исключить.

Пункт 1.5.1. Третий абзац изложить в новой редакции: «наименование продукта, марку, сорт».

Пункт 1.5.2. Заменить слова: «шифр 6112» на «шифр 6112, черт. ба); серийный номер ООН 1888».

Пункт 1.6.2. Заменить слова: «стара вида» на «стара вида и типа».

Пункт 21 Исключить слова: «но не более 65 т».

(Продолжение см. с 156)

Пункт 2.2. Третий абзац изложить в новой редакции: «наименование продукта, марку, сорт».

Раздел 3 Второй абзац изложить в новой редакции: «Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудованием с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.2. Заменить слова: «наименованием и маркой» на «наименованием, маркой и сортом».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить слово: «помещают» на «отобранным цилиндром 4(2)-250-2 (ГОСТ 1770-74), помещают в несколько приемов»;

второй абзац. Заменить значение:  $2 \cdot 10^{-4} \%$  на  $\pm 2 \cdot 10^{-4} \%$ .

Пункт 3.6.1 дополнить абзацем (после шестого): «Интегратор электронный»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры до 100 °С»;

одиннадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 5072»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Кальций хлорид обезожженный».

Пункт 3.6.2.3 дополнить абзацем (после первого): «Допускается в качестве внутреннего эталона использовать другое вещество, регистрируемое на хроматограмме в месте, свободном от наложения пиков анализируемого продукта»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Погрешность приготовления градуировочной смеси с заданной концентрацией компонента (или эталона) не должна превышать 10 % относительно заданных концентраций. Допускается готовить градуировочные смеси другими способами с погрешностями их приготовления не выше установленных в настоящем стандарте»;

седьмой абзац после слова «записи» дополнить словами: «или измеряют электронным интегратором».

Пункт 3.6.2.4. Заменить слова: «хлористым кальцием» на «хлоридом кальция».

Пункт 3.6.3. Заменить значения: 0,1 на 0,10; 0,05 на 0,050.

Пункт 3.8 Первый абзац. Заменить значение:  $(40 \pm 0,001)$  на  $(40,000 \pm 0,001)$ .

Пункт 4.1. Третий абзац. Заменить слова: «под избыточным давлением (не менее 0,7 кгс/см<sup>2</sup>)» на «с газовой фазой».

Пункт 4.2. Третий абзац. Исключить ссылку на ГОСТ 21929; заменить ссылку: ГОСТ 26668 на ГОСТ 26663.

(ИУС № 4 1992 г.)

По согласованию с потребителем очищенный хлороформ допускается не стабилизировать.

1.3.2. По физико-химическим показателям стабилизированный хлороформ должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Нормы для хлороформа	
	очищенного ОКП 24 113 0100	технического ОКП 24 1213 0200
1. Плотность при 20 °С, г/см <sup>3</sup>	1,473—1,480	1,471—1,490
2. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,001	0,001
3. Массовая доля воды, %, не более	0,02	0,1
4. Массовая доля хлорогидратических примесей, %, не более	0,025	1,3
5. Массовая доля кислот в пересчете на соляную кислоту, %, не более	0,001	0,002
6. Массовая доля альдегидов в пересчете на уксусный альдегид, %, не более	0,0005	—

Примечание. Для нестабилизированного очищенного хлороформа массовую долю кислот в пересчете на соляную кислоту не определяют, допускается плотность при 20°C—1,487—1,492 г/см<sup>3</sup>, массовая доля воды — не более 0,025 %.

#### 1.4. Требования безопасности

1.4.1. Хлороформ — не горюч, не взрывоопасен, обладает наркотическими свойствами, оказывает токсическое действие на организм человека, вызывает острую или хроническую интоксикацию.

Хлороформ на воздухе разлагается с выделением хлористого нитрода и фосгена, скорость разложения возрастает на свету.

1.4.2. Предельно допустимая концентрация хлороформа в воздухе рабочей зоны — 5 мг/м<sup>3</sup> (до 01.01.91, письмо Минздрава СССР № 14—6/693—8а от 06.01.89). Хлороформ относится ко 2-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

1.4.3. Производственные помещения, в которых проводят работы с хлороформом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Производственное оборудование должно быть герметичным, места отбора проб должны быть оборудованы местными отсосами.

1.4.4. Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой и средствами индивидуальной защиты (фартук, резиновые сапоги, резиновые перчатки, противогаз марки ФГ-13-А или БКФ по ГОСТ 12.4.121).

Пролитый хлороформ убирают с помощью песка, опилок или вакуума (при наличии вакуум-системы), затем место разлива промывают водой.

Загрязненный песок вывозят в отвал, загрязненные опилки сушат.

Отходы производства хлороформа обезвреживают и утилизируют: нейтрализующий раствор отпаривают от растворенных хлорметанов и сливают в канализацию, серную кислоту после очистки используют в производстве минеральных удобрений.

### 1.5. Маркировка

1.5.1. Маркировка, характеризующая продукцию, должна содержать следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя и (или) его товарный знак;

наименование и марку продукта;

номер партии и дату изготовления;

массу брутто и нетто;

обозначение настоящего стандарта.

1.5.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1, классификационный шифр 6112).

### 1.6. Упаковка

1.6.1. Хлороформ заливают в стальные сварные толстостенные бочки по ГОСТ 17366 типа 1 вместимостью 110 или 275 дм<sup>3</sup>, изготовленные из стали толщиной 3 мм.

Очищенный хлороформ заливают в бочки из коррозионностойкой стали по ГОСТ 26155 вместимостью 100—250 дм<sup>3</sup>.

Перед заполнением продуктом бочки должны быть вымыты и высушены.

Степень заполнения бочек вычисляют с учетом их вместимости и объемного расширения продукта при возможном перепаде температур окружающей среды в пути следования.

Горловины бочек должны быть герметизированы с помощью паронитовых, фторопластовых или других стойких к хлороформу прокладок.

1.6.2. Очищенный хлороформ, используемый в химическом анализе, упаковывают по ГОСТ 3885: потребительская тара вида Зт-1, 8т-1; группа фасовки — IV—VII; транспортная тара — деревянные ящики по ГОСТ 18573 типа II—I, по ГОСТ 5959 типа VI.

## 2. ПРИЕМКА

2.1. Хлороформ принимают партиями. Партией считают любое количество продукта, но не более 65 т, однородного по показателям качества, сопровождаемое одним документом о качестве.

При транспортировании хлороформа в железнодорожных цистернах каждую цистерну принимают за партию.

2.2. Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и (или) его товарный знак;

наименование и марку продукта;

классификационный шифр группы 6112;  
номер партии и дату изготовления;  
количество упаковочных единиц в партии;  
массу брутто и нетто;  
результаты проведенных испытаний и (или) подтверждение о  
соответствии качества продукта требованиям настоящего стандар-  
та;

обозначение настоящего стандарта.

2.3. Для проверки качества хлороформа от партии отбирают 10 % бочек, но не менее трех бочек.

Для проверки качества хлороформа, используемого в химичес-  
ком анализе, объем выборки устанавливают по ГОСТ 3885.

2.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа  
хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ про-  
бы, отобранный от удвоенной выборки той же партии или вновь  
отобранный от цистерны.

Результаты повторного анализа распространяются на всю пар-  
тию.

### 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

Допускается применение аппаратуры и посуды по классу точ-  
ности, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоя-  
щем стандарте.

#### 3.1. Отбор проб

Гочечные пробы из бочек отбирают стеклянной трубкой с оття-  
нутым концом (черт. 1) или металлической трубкой из стали марки  
Х18Н10Т по ГОСТ 5632 (черт. 2), погружая их до дна бочки. Дли-  
на трубы должна обеспечивать отбор проб по всей высоте слоя  
продукта.

Точечные пробы из железнодорожных цистерн отбирают пробо-  
отборником (черт. 3).

Допускается использование пробоотборников других типов из  
нержавеющей стали, обеспечивающих отбор проб в соответствии с  
настоящим стандартом.

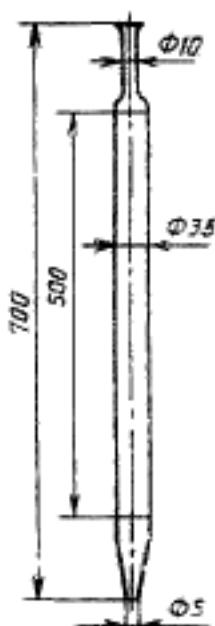
Отбор проб хлороформа, используемого в химическом анали-  
зе, — по ГОСТ 3885.

3.2. Точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешива-  
ют объединенную пробу и отбирают в склянку среднюю пробу объ-  
емом не менее 1 дм<sup>3</sup>. На склянку наклеивают этикетку с наименова-  
нием предприятия-изготовителя, наименованием и маркой продук-  
та, номером партии, датой отбора пробы, фамилией лица, отобрав-  
шего пробу.

#### 3.3. Определение плотности

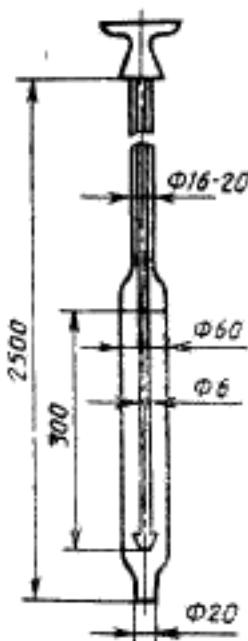
Плотность определяют по ГОСТ 18995.1 денситром.

Стеклянная трубка с оттянутым концом



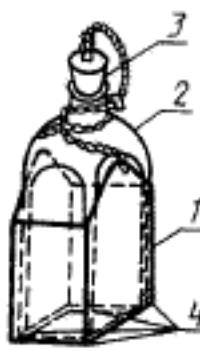
Черт. 1

Металлическая трубка



Черт. 2

Пребоотборник



1—корпус из листового свинца толщиной 3 мм; 2—склпка вместимостью 1000 см<sup>3</sup>; 3—корковая пробка; 4—пренажные отверстия диаметром 10 им

Черт. 3

### 3.4. Определение массовой доли нелетучего остатка

Массовую долю нелетучего остатка определяют по ГОСТ 27026. При этом 200 г (135 см<sup>3</sup>) продукта помещают в выпарительную чашку (платиновую по ГОСТ 6563 или кварцевую по ГОСТ 19908) и выпаривают на водяной бане при температуре не выше 60 °С.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения —  $2 \cdot 10^{-4} \%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

### 3.5. Определение массовой доли воды

Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870 реактивом Фишера электрометрическим титрованием или по ГОСТ 24614.

При разногласиях в оценке массовой доли воды определение проводят по ГОСТ 14870.

### 3.6. Определение массовой доли хлорорганических примесей

Массовую долю хлорорганических примесей в хлороформе определяют методом газожидкостной хроматографии с использованием «внутреннего эталона».

### 3.6.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

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

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

Микрошириц МШ-10.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

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

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 25 или 50 см<sup>3</sup>.

Воронка ВД по ГОСТ 25336 вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Чашка выпарительная 4 или 5 по ГОСТ 9147.

Термометр группы ТЛ-2 по научно-технической документации. Секундомер по ГОСТ 5072.

Хроматон N-AW с частицами размером 0,200—0,250 мм или 0,250—0,315 мм или другой диатомитовый носитель.

Трифенилfosфат или трикрезилfosфат по ГОСТ 5728.

Азот газообразный по ГОСТ 9293 или гелий газообразный.

Водород технический по ГОСТ 3022 марки А или Б или водород от генератора СГС-2.

Воздух сжатый для питания приборов.

Ацетон технический по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Хлороформ для хроматографии, х.ч.

Метилен хлористый для хроматографии, х.ч., или по ГОСТ 9968, высший сорт.

Этил хлористый по ГОСТ 2769, высший сорт.

Аллил хлористый, ч.

1,1-Дихлорэтан с массовой долей основного вещества не менее 95 %.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 4, х.ч.

Кальций хлористый безводный, ч.

### 3.6.2. Подготовка к анализу

#### 3.6.2.1. Приготовление насадки и заполнение колонки

Неподвижную фазу наносят на твердый носитель следующим образом: трифенилfosфат или трикрезилfosфат, взятые в количестве 20 % от массы твердого носителя, взвешивают по разности (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) и растворяют в ацетоне

Приготовленный раствор при непрерывном перемешивании приливают к твердому носителю, помещенному в выпарительную чашку. Объем раствора должен быть таким, чтобы твердый носитель был полностью смочен раствором. Выпарительную чашку помещают на водяную баню и, непрерывно перемешивая ее содержимое, испаряют ацетон. Насадку досушивают в сушильном шкафу при 60 °С в течение 0,5—1,0 ч. Хроматографическую колонку промывают водой, ацетоном и сушат сжатым воздухом.

Затем колонку заполняют насадкой, внося ее небольшими порциями и уплотняя с помощью вибратора (или постукиванием) и воздушного насоса, подсоединенного к противоположному от входа насадки концу колонки. Концы заполненной колонки закрывают стекловатой или стеклотканью.

Заполненную колонку устанавливают в термостат прибора и, не присоединяя к детектору, стабилизируют ее газом-носителем (азотом или гелием) в течение 6—8 ч, постепенно повышая температуру от 20 до 120 °С, и затем в течение 8—10 ч при 120 °С.

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

### 3.6.2.2. Режим градуирования и работы хроматографа

Хроматографический анализ и градуирование прибора проводят при следующих условиях:

Объемный расход газа-носителя	30 см <sup>3</sup> /мин
Соотношение объемных расходов газа-носителя и воздуха	1:1
Соотношение объемных расходов газа-носителя и воздуха	1:10
Температура термостата колонок	70 °С
Температура испарителя	130 °С
Скорость движения диаграммной ленты	200 мм/ч
Пределы измерения:	50·10 <sup>-12</sup> А
	2·10 <sup>9</sup> Ом
Объем вводимой пробы	1—5 мм <sup>3</sup>

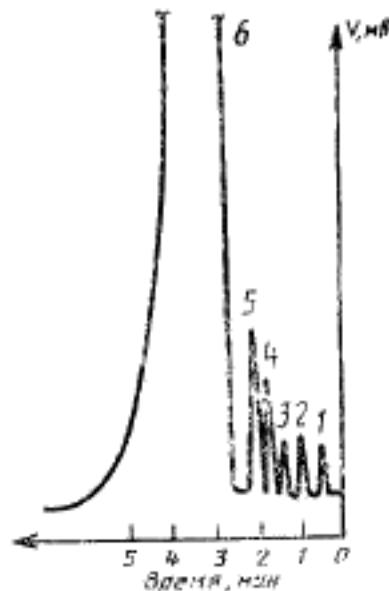
В зависимости от модели применяемого хроматографа и марки продукта в условия градуирования и работы прибора могут быть внесены некоторые изменения для достижения полного разделения примесей и определения их с погрешностью, указанной в настоящем стандарте.

Типовая хроматограмма технического хлороформа приведена на черт. 4.

### 3.6.2.3. Градуирование хроматографа

Прибор градуируют по 4—5 искусственным градуировочным смесям, содержащим в различных концентрациях хлороформ, определяемые примеси и хлористый аллил, используемый в качестве «внутреннего эталона».

Типовая хроматограмма  
технического хлороформа



1—хлористый этил; 2—хлористый этил («внутренний эталон»); 3—хлористый метилен; 4—1,1-дихлорэтан; 5—четыреххлористый углерод; 6—хлороформ

Черт. 4

Искусственные смеси готовят следующим образом: 5—6 г хлороформа для хроматографии взвешивают в сухом стеклянном сосуде вместимостью 15—20 см<sup>3</sup>, закрытом эластичной, устойчивой к действию агрессивных сред прокладкой (например силиконовой резиной). Если сосуд не имеет навинчивающейся крышки, прокладку укрепляют с помощью зажимного устройства любого типа (зажимные устройства не должны препятствовать вводу иглы микрошиприца в сосуд). Микрошиприцем к помещенному в сосуд хлороформу добавляют по 0,05—0,06 г примесей и «внутреннего эталона». Методом разбавления готовят смеси с массовой долей примесей 0,001—0,1 %.

Результаты всех взвешиваний при приготовлении градуировочных смесей записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

Суммарная погрешность приготовления градуировочных смесей не должна превышать 10 % заданной концентрации. Допускается приготовление градуировочных смесей другими способами, обеспечивающими указанную погрешность.

После тщательного перемешивания необходимое количество каждой из приготовленных смесей микрошипцием вводят в испаритель хроматографа не менее двух раз.

Градуировочный коэффициент ( $K_t$ ) вычисляют по формуле

$$K_t = \frac{S_{st} \cdot m_t}{S_t \cdot m_{st}},$$

где  $S_{st}$  — площадь пика «внутреннего эталона»,  $\text{мм}^2$ ;

$m_t$  — масса определяемой примеси, г;

$S_t$  — площадь пика определяемой примеси,  $\text{мм}^2$ ;

$m_{st}$  — масса «внутреннего эталона», г.

Площадь пика вычисляют как произведение его высоты на ширину, измеренную на середине высоты, с учетом масштаба записи. Градуировочные коэффициенты для каждой примеси определяют как среднее арифметическое результатов всех определений, вычисленных с точностью до второго десятичного знака.

Проверку градуировочных коэффициентов проводят не реже одного раза в квартал и после каждой смены насадки в колонке или при изменении условий хроматографического определения. Стабильность градуировочных характеристик определяют по ГОСТ 8.489.

#### 3.6.2.4. Подготовка пробы к анализу

Перед проведением анализа хлороформ очищают от стабилизатора. Для этого в делительную воронку помещают 25  $\text{см}^3$  продукта и 15  $\text{см}^3$  воды. Содержимое воронки встряхивают в течение 15 мин на механической мешалке с числом возвратно-поступательных (или вращательных) движений не менее 100 в минуту. После отставания в течение 3—5 мин хлороформ отделяют от водного слоя. Процесс очистки проводят три раза. Хлороформ, очищенный от стабилизатора, сушат в течение 30 мин над хлористым кальцием, предварительно прокаленным при 250—300 °С. Анализ хлороформа проводят не позже чем через 8 ч после подготовки пробы.

#### 3.6.3. Проведение анализа

8—10 г анализируемого хлороформа взвешивают в стеклянном сосуде, закрытом укрепленной эластичной прокладкой, устойчивой к действию агрессивных сред. Микрошипцием добавляют к анализируемому продукту 0,08—0,1 г «внутреннего эталона». Методом разбавления готовят смесь с массовой долей «внутреннего эталона» 0,001—0,05 %. Результаты взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Смесь тщательно перемешивают, микрошипцием отбирают необходимое количество анализируемого продукта и вводят в испаритель хроматографа.

#### 3.6.4. Обработка результатов

Массовую долю каждой примеси в хлороформе ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле