



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

# ХЛОРБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 646—84

Издание официальное

БЗ 3—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**ХЛОРБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ**

Технические условия  
Technical chlorobenzene.  
Specifications

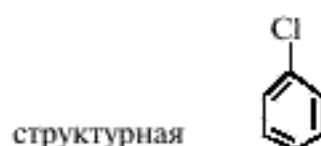
ГОСТ  
646—84

ОКП 24 7111

Дата введения 01.01.86

Настоящий стандарт распространяется на технический хлорбензол, предназначенный для производства полупродуктов, красителей, кремнийорганических соединений, пестицидов.

Формулы: эмпирическая  $C_6H_5Cl$



Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 112,56.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

**1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Технический хлорбензол должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

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

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1985  
© ИПК Издательство стандартов, 1997  
Переиздание с Изменениями

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 4.6.3. Проведение анализа

10—12 г анализируемого продукта взвешивают в стаканчике для взвешивания (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), добавляют 0,20—0,30 % *n*-додекана или *n*-нонана от массы анализируемого продукта, перемешивают, микрошприцем отбирают необходимое количество анализируемого продукта и вводят в испаритель хроматографа.

Хроматограммы снимают при условиях, указанных ниже:

Объемный расход газа-носителя (азота), см <sup>3</sup> /мин . . . . .	10
Соотношение объемных расходов газа-носителя и водорода . . . . .	1:1
Соотношение объемных расходов газа-носителя и воздуха . . . . .	1:10—1:8
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч. . . . .	120—240
Температура термостата колонки, °С . . . . .	135—140
Температура испарителя, °С . . . . .	250
Объем пробы, мм <sup>3</sup> . . . . .	1—4
Пределы измерения, А . . . . .	(5—20) × 10 <sup>-10</sup>

В зависимости от типа применяемого хроматографа в условия режима работы хроматографа могут быть внесены некоторые изменения с целью достижения оптимального разделения примесей и контроля содержания примесей с погрешностью, указанной в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 4.6.4. Обработка результатов

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

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

где  $S_i$  — площадь пика определяемой примеси, мм<sup>2</sup>;

$S_{\text{эт}}$  — площадь пика «внутреннего эталона», мм<sup>2</sup>;

$K_i$  — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

$m_{\text{эт}}$  — масса навески «внутреннего эталона», г;

$m$  — масса навески хлорбензола, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное при определении бензола 0,004 и 0,007 %, суммы органических примесей 0,02 и 0,06 % для продуктов высшего и первого сортов соответственно.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа бензола  $\pm 0,005$  % для продукта высшего сорта и  $\pm 0,002$  % для продукта 1-го сорта при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Массовую долю хлорбензола ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - (\Sigma X_i + X_1),$$

где  $X_i$  — сумма массовых долей всех определяемых примесей, %;

$X_1$  — массовая доля воды, определяемая по п. 4.5, %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа хлорбензола  $\pm 0,03$  % для продукта высшего сорта и  $\pm 0,09$  % для продукта 1-го сорта при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

#### 4.7. Определение pH водной вытяжки

##### 4.7.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Иономер или pH-метр любого типа с погрешностью измерения не более 0,1 единицы pH с комплектом стеклянного электрода и электрода сравнения.

Цилиндр по ГОСТ 1770.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

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

##### 4.7.2. Проведение анализа

10 см<sup>3</sup> анализируемого продукта помещают в делительную воронку, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды и встряхивают в течение 2 мин.

После разделения слоев отбирают 20—30 см<sup>3</sup> из верхнего слоя и помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Электроды, предварительно промытые водой, ополаскивают анализируемой пробой, опускают в стакан и измеряют pH в соответствии с инструкцией к прибору.

##### 4.7.3. Обработка результатов

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 единицы pH.

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

#### 4.8. Определение массовой доли нелетучего остатка

Массовую долю нелетучего остатка определяют по ГОСТ 27026, используя платиновую чашку по ГОСТ 6563 или кварцевую чашу по ГОСТ 19908, или фарфоровую чашку по ГОСТ 9147.

При этом объем анализируемой пробы должен составлять 100 см<sup>3</sup>.

Массовую долю нелетучего остатка ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{\rho \cdot V},$$

где  $m$  — масса нелетучего остатка, г;

$\rho$  — плотность хлорбензола при 20 °С, определенная по п. 4.4, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем анализируемой пробы, см<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0004 % для продукта высшего сорта и 0,003 % для продукта первого сорта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет  $\pm 0,001$  % для продукта высшего сорта и  $\pm 0,002$  % для продукта первого сорта при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Допускается проводить анализ по ГОСТ 29172.

При разногласиях в оценке массовой доли нелетучего остатка определение проводят по ГОСТ 27026.

4.7, 4.8. (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Технический хлорбензол заливают в собственные железнодорожные цистерны грузоотправителя (грузополучателя) или арендованные, стальные сварные бочки по ГОСТ 13950 типа 1 вместимостью 100 или 200 дм<sup>3</sup> или по ГОСТ 6247 вместимостью 100 или 200 дм<sup>3</sup>.

5.2. Железнодорожные цистерны должны быть чистыми, без остатка продукта. При наличии остатка цистерны должны быть освобождены, промыты и высушены. Бочки перед заполнением должны быть промыты и высушены.

5.3. Степень (уровень) заполнения цистерн устанавливают с учетом полного использования вместимости (грузоподъемности) цистерн и объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования. Бочки заполняют на 95 % вместимости.

5.4. Наливные люки цистерн, горловины бочек должны быть герметизированы с помощью паронитовых прокладок.

5.5. На железнодорожные цистерны наносят специальные трафареты в соответствии с правилами перевозки грузов.

## С. 13 ГОСТ 646—84

5.6. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192, с нанесением манипуляционного знака «Герметичная упаковка» и знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 3, подкласс 3.3, черт. 3, классификационный шифр 3353), серийного номера ООН 1134.

5.7. На каждую бочку с продуктом наносят следующие дополнительные обозначения:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукта и его сорт;
- номер партии и дату изготовления;
- массу брутто и нетто;
- обозначение настоящего стандарта.

5.8. Технический хлорбензол в бочках 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 и мелкими отправлениями.

Технический хлорбензол в бочках вместимостью 100 дм<sup>3</sup> должен транспортироваться пакетами на плоских поддонах по ГОСТ 9557. Средства скрепления — по ГОСТ 21650. Масса брутто пакета не должна превышать 1 т.

5.9. Технический хлорбензол хранят в упаковке изготовителя или в герметичных стальных емкостях.

Технический хлорбензол хранят в упаковке изготовителя в неотапливаемых складских помещениях. Допускается хранить под навесом, исключая попадание прямых солнечных лучей и атмосферных осадков.

Раздел 5 (Измененная редакция, Изм. № 1).

## 6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие хлорбензола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — два года со дня изготовления.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

Н.Ф. Кришталь, Б.Г. Санков, Е.Г. Фарфель, Г.М. Шефер,  
Г.К. Гончаров, П.Л. Резник, Л.Л. Соинна, Г.М. Соболева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.12.84 № 4942
3. Изменение № 2 ГОСТ 646—84 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.04.94 (отчет Технического секретариата № 2)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

4. ВЗАМЕН ГОСТ 646—73

5. В стандарт введен международный стандарт ИСО 1697—77

## 6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.004—91	2.1	ГОСТ 4461—77	4.6.1
ГОСТ 12.1.005—88	2.1	ГОСТ 4517—87	4.7.1
ГОСТ 12.1.010—76	2.1	ГОСТ 5789—78	4.6.1
ГОСТ 12.1.044—89	2.1	ГОСТ 5955—75	4.6.1
ГОСТ 12.4.026—76	2.3	ГОСТ 6247—79	5.1
ГОСТ 12.4.121—83	2.3	ГОСТ 6563—75	4.8
ГОСТ 427—75	4.6.1	ГОСТ 6709—72	4.3.1, 4.6.1
ГОСТ 1277—75	4.6.1	ГОСТ 9147—80	4.6.1, 4.8
ГОСТ 1770—74	4.7.1	ГОСТ 9293—74	4.6.1
ГОСТ 2603—79	4.6.1	ГОСТ 9385—77	4.6.1
ГОСТ 3022—80	4.6.1	ГОСТ 9557—87	5.8
ГОСТ 3118—77	4.6.1	ГОСТ 9968—86	4.6.1

*Продолжение*

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 10157—79	4.6.1	ГОСТ 24614—81	4.5
ГОСТ 13950—91	5.1	ГОСТ 25336—82	4.3.1, 4.6.1,
ГОСТ 14192—96	5.6		4.7.1
ГОСТ 14870—77	4.5	ГОСТ 25706—83	4.6.1
ГОСТ 18300—87	4.6.1	ГОСТ 25828—83	4.6.1
ГОСТ 18481—81	4.3.1	ГОСТ 27025—86	4.3а
ГОСТ 18995.1—73	4.4	ГОСТ 25794.3—83	4.6.1
ГОСТ 19433—88	3.2, 5.6	ГОСТ 27026—86	4.8
ГОСТ 19908—90	4.8	ГОСТ 29172—91	4.8
ГОСТ 21650—76	5.8	ГОСТ 29173—91	4.1
ГОСТ 24104—88	4.6.1		

**7. Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—12—94)**

**8. ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в марте 1990 г., апреле 1994 г. (ИУС 6—90, 6—96)**

Редактор *М.И. Максимова*  
 Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
 Корректор *Н.Л. Шнайдер*  
 Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 18.09.97. Подписано в печать 23.10.97.  
 Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,90. Тираж 138 экз. С 1034. Зак. 751

ИПК Издательство стандартов  
 107076, Москва, Кожедубский пер., 14.  
 Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
 Филиал ИПК Издательство стандартов тип. "Московский печатник"  
 Москва, Ляля пер., 6  
 Элр № 080102



Таблица 1\*

Наименование показателя	Норма	
	Высший сорт ОКП 24 7111 0120	1-й сорт ОКП 24 7111 0130
1. Внешний вид и цвет	Бесцветная прозрачная жидкость, не содержащая механических примесей	
2. Плотность при 20 °С, г/см <sup>3</sup>	1,105—1,108	1,105—1,110
3. Массовая доля воды, %, не более	0,03	0,03
4. Массовая доля хлорбензола, %, не менее	99,9	99,7
5. Массовая доля бензола, %, не более	0,01	0,07
6. pH водной вытяжки	6,7—7,5	
7. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,004	0,01

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Технический хлорбензол — легковоспламеняющаяся жидкость.

Показатели пожаровзрывоопасности определяют по ГОСТ 12.1.044.

Температура вспышки 29 °С, температура воспламенения 57 °С, температура самовоспламенения 637 °С.

Пары хлорбензола с воздухом образуют взрывоопасные смеси. Концентрационные пределы распространения пламени (по объему): нижний — 1,4 %, верхний — 9,8 %.

Температурные пределы распространения пламени: нижний — 28 °С, верхний — 62 °С.

При работе с хлорбензолом следует соблюдать требования ГОСТ 12.1.004 по обеспечению пожарной безопасности и ГОСТ 12.1.010 по обеспечению взрывобезопасности.

2.2. По степени воздействия на организм человека технический хлорбензол — умеренно опасное вещество (3-й класс опасности по

\* Таблица 2. (Исключена, Изм. №2 )

ГОСТ 12.1.005). Оказывает наркотическое действие, обладает кумулятивным эффектом. Действует на кровь и кроветворные органы, вызывает острые отравления и хронические интоксикации. В организм человека поступает через дыхательные пути и неповрежденные кожные покровы.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) хлорбензола в воздухе рабочей зоны — 100/50 мг/м<sup>3</sup> (в числителе — максимальная, в знаменателе — среднесменная ПДК). ПДК атмосферного воздуха населенных мест: максимально разовая — 0,1 мг/м<sup>3</sup>, среднесуточная — 0,1 мг/м<sup>3</sup>. ПДК хлорбензола в водных объектах хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования — 0,02 мг/дм<sup>3</sup>.

2.3. Производственные помещения, в которых проводят работы с хлорбензолом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной и местной вентиляцией. Оборудование и коммуникации должны быть герметизированы. Все выбросы в атмосферу должны быть оборудованы огнепреградителями.

В помещении на видном месте должны быть помещены знаки «Осторожно! Легковоспламеняющееся вещество!» и «Запрещается пользоваться открытым огнем» по ГОСТ 12.4.026.

Производственный персонал должен быть обеспечен средствами индивидуальной защиты (специальная одежда, резиновые перчатки, защитные очки, промышленный противогаз марки А по ГОСТ 12.4.121).

2.4. Пролитый хлорбензол удаляют с помощью песка или опилок, загрязненный участок омывают водой, а загрязненный песок или опилки обезвреживают в соответствии с порядком транспортирования, обезвреживания и захоронения промышленных отходов, утвержденных Минздравом.

При загорании применяют пену, огнетушащие порошки ПСБ-3, ПСБ, объемное тушение, диоксид углерода.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

### 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Технический хлорбензол принимают партиями. Партией считают любое количество продукта однородное по своим качественным показателям, сопровождаемое одним документом о качестве.

Каждую железнодорожную цистерну хлорбензола принимают за партию.

3.2. Документ о качестве должен содержать:  
наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;  
наименование продукта, его сорт;

номер партии;  
дату изготовления;  
количество упаковочных единиц в партии;  
массу брутто и нетто;  
результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;  
классификационный шифр по ГОСТ 19433 (3353);  
обозначение настоящего стандарта.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Для проверки соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта объем выборки продукта — 10 % бочек, но не менее трех, или каждая цистерна.

3.4. Массовую долю нелетучего остатка изготовитель определяет по требованию потребителя.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке или вновь отобранной пробе из цистерны.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

#### 4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

##### 4.1. Отбор проб

Точечные пробы из бочек отбирают стеклянной трубкой с оттянутым концом, длиной, обеспечивающей отбор пробы по всей высоте слоя анализируемого продукта, погружая ее до дна бочки.

Точечные пробы из железнодорожных цистерн отбирают из трех слоев (верхнего, среднего и нижнего) переносным металлическим или из другого материала, стойкого к воздействию хлорбензола пробоотборником любой конструкции.

Допускается отбор проб продукта по ГОСТ 29173.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.2. Точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и от полученной объединенной пробы отбирают среднюю пробу объемом не менее 1 дм<sup>3</sup>.

Среднюю пробу помещают в чистую сухую плотно закрывающуюся склянку, на которую наклеивают этикетку с указанием:

наименования продукта;  
обозначения настоящего стандарта;  
даты и места отбора пробы;  
номера партии;

фамилии лица, отобравшего пробу.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.3а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

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.

Результаты анализа округляют до того десятичного знака, который указан в таблице технических требований.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.3. Определение внешнего вида и цвета

4.3.1. *Аппаратура и реактивы*

Пробирка по ГОСТ 25336, типа П1, диаметром 25 мм или цилиндр по ГОСТ 18481.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, или вода эквивалентной чистоты.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.3.2. *Проведение анализа*

Внешний вид и цвет продукта определяют визуально. Для этого 20 см<sup>3</sup> продукта наливают в пробирку (цилиндр) и просматривают в проходящем свете на фоне молочного стекла. Продукт соответствует требованиям настоящего стандарта, если он не отличается от дистиллированной воды, налитой в таком же количестве в такую же пробирку (цилиндр).

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.4. Определение плотности

Плотность продукта определяют по ГОСТ 18995.1 с помощью ареометра.

При разногласиях в оценке плотности определение проводят по ГОСТ 18995.1 с помощью пикнометра.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.5. Определение массовой доли воды

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

При разногласиях в оценке массовой доли воды определение проводят по ГОСТ 14870 реактивом Фишера (электрометрическим титрованием).

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.6. Определение массовой доли хлорбензола и бензола

Массовую долю хлорбензола определяют расчетным методом, вычитая из 100 % массовую долю примесей (в сумме) и воды.

Массовую долю бензола и других примесей в техническом хлорбензоле определяют методом газожидкостной хроматографии.

4.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка газохроматографическая стальная или стеклянная внутренним диаметром 3—4 мм, длиной 3 или 5 м.

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

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427 с ценой деления 1 мм.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706.

Микрошприц МШ-10.

Печь муфельная, обеспечивающая нагрев до 700 °С.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Секундомер.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в интервале 30—50 °С и 150—200 °С.

Термопара любого типа, обеспечивающая измерение температуры в интервале 600—700 °С.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147.

Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до 200 °С.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Бензол по ГОСТ 5955.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Воздух сжатый.

Газ-носитель: гелий газообразный или азот газообразный по ГОСТ 9293, или аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828.

*n*-Додекан, х. ч.

*n*-Нонан, х. ч.

*n*-Октан, х. ч.

*m*-Дихлорбензол, ч.

*n*-Дихлорбензол, ч.

*o*-Дихлорбензол, ч.

Хлорбензол хроматографический.

*o*-Хлортолуол, ч.

*n*-Хлортолуол, ч.

Этилбензол технический по ГОСТ 9385.

Толуол по ГОСТ 5789.

Тиофен.

Эфир этиловый медицинский.

Метилен хлористый технический по ГОСТ 9968.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная в соотношении 1:1.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор молярной концентрации  $c(\text{AgNO}_3)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (готовят по ГОСТ 25794.3).

Носитель твердый: сферохром I или хроматон N или хроматон N-AW или хроматон N-AW-НМДС с частицами размером 0,16—0,25 мм.

Фаза жидкая неподвижная: полиэтиленгликоль 4000 или полиэтиленгликольадипинат.

Допускается использовать любые другие твердые носители и неподвижные жидкие фазы, обеспечивающие разделение и определение массовых долей компонентов с погрешностью не более установленной в настоящем стандарте.

Для приготовления градуировочных смесей допускается применение веществ, соответствующих определяемым компонентам, с массовой долей основного вещества не менее 95 %.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.6.2. *Подготовка к анализу*

4.6.2.1. *Приготовление насадки и заполнение колонки*

Твердые носители сферохром-I и хроматон N кипятят в колбе с обратным холодильником в растворе соляной кислоты в течение 3—4 ч, затем промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра), сушат в сушильном шкафу при 150—200 °С в течение 2—3 ч, затем прокалывают 5—6 ч в муфельной печи при 600—650 °С, охлаждают в эксикаторе и отсеивают фракцию 0,16—0,25 мм. Носители хроматон N-AW и хроматон N-AW-НМДС используют для приготовления насадки без обработки.

Неподвижную фазу наносят на твердый носитель следующим образом: полиэтиленгликоль-4000 или полиэтиленгликольадипинат, взятый в количестве 15 % от массы носителя, взвешивают и растворяют в хлористом метилена (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака).

Приготовленный раствор при непрерывном перемешивании приливают к твердому носителю, помещенному в выпарительную чашку. Количество хлористого метилена или ацетона должно быть таким, чтобы твердый носитель был полностью смочен раствором. Выпарительную чашку помещают на водяную баню, нагретую до температу-

ры  $(40 \pm 10)$  °С и, непрерывно перемешивая ее содержимое, испаряют хлористый метилен или ацетон.

Хроматографическую колонку промывают ацетоном, этиловым спиртом, эфиром и сушат. Чистую сухую хроматографическую колонку заполняют насадкой небольшими порциями, уплотняя ее с помощью вибратора. Концы заполненной колонки закрывают стеклотканью. Заполненную колонку устанавливают в термостат прибора, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 6—8 ч при 140—150 °С.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

#### 4.6.2.2. Градуирование хроматографа

Массовую долю примесей определяют методом «внутреннего эталона». В качестве «внутреннего эталона» используют *n*-додекан или *n*-нонан.

Градуирование хроматографа проводят по 4—5 градуировочным смесям, содержащим определяемые компоненты (примеси) в концентрациях, близких к их концентрациям в анализируемом продукте.

Градуировочную смесь готовят следующим образом: в стаканчик для взвешивания помещают последовательно 10—50 г хлорбензола и «внутренний эталон», взятый в количестве 0,05—0,30 % от массы хлорбензола. Смесь перемешивают, отбирают микрошприцем необходимый объем и не менее двух раз вводят в испаритель хроматографа. Далее к смеси добавляют определяемые компоненты. Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Погрешность приготовления градуировочной смеси с заданной концентрацией компонента (или эталона) не должна превышать 5 % заданной концентрации.

Допускается готовить градуировочные смеси другими способами и приемами с погрешностями их приготовления не выше установленных в настоящем стандарте.

Полученную градуировочную смесь перемешивают и вводят в хроматограф 4—5 раз.

Хроматограммы снимают при условиях, указанных в п. 4.6.3.

Градуировочный коэффициент ( $K_i$ ) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{\text{ст}}}{m_{\text{ст}} \cdot S_i},$$

где  $m_i$ ,  $m_{\text{ст}}$  — массы определяемого компонента и «внутреннего эталона» соответственно, введенные в градуировочную смесь, г;

### С. 9 ГОСТ 646—84

$S_{ст}$ ,  $S_i$  — площади пиков «внутреннего эталона» и определяемого компонента соответственно, мм<sup>2</sup>.

Площадь пика вычисляют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты.

Площади пиков определяемых компонентов ( $S_i$ ) при наличии их в хлорбензоле, используемом для приготовления градуировочных смесей, вычисляют по формуле

$$S_i = S_{i_2} - S_{i_1} \left( \frac{S_{ст_2}}{S_{ст_1}} \right),$$

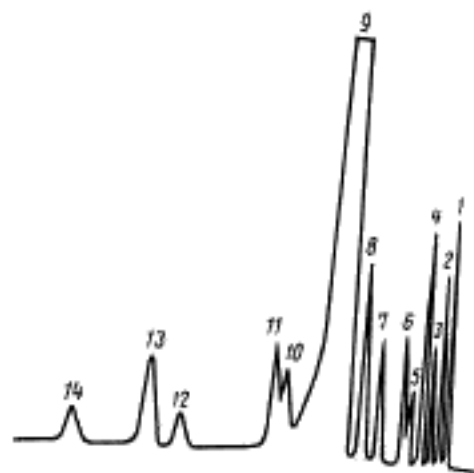
где  $S_{i_1}$ ,  $S_{i_2}$  — площади пиков определяемого компонента на хроматограммах градуировочной смеси и исходного хлорбензола соответственно, мм<sup>2</sup>;

$S_{ст_1}$ ,  $S_{ст_2}$  — площади пиков «внутреннего эталона» на хроматограммах градуировочной смеси и исходного хлорбензола соответственно, мм<sup>2</sup>.

За градуировочный коэффициент для каждого компонента принимают среднее арифметическое результатов всех определений, вычисленных с точностью до второго десятичного знака. Проверку градуировочных коэффициентов проводят при смене сорбента в колонках и изменении условий хроматографического определения.

Типовая хроматограмма образца хлорбензола приведена на чертеже.

Типовая хроматограмма образца хлорбензола



1 — *n*-гептан; 2 — *n*-октан; 3 — *n*-нонан; 4 — бензол; 5 — тиофен; 6 — толуол;  
7 — этилбензол; 8 — *n*-додекан; 9 — хлорбензол; 10 — *o*-хлортолуол; 11 — *p*-хлортолуол;  
12 — *m*-дихлорбензол; 13 — *p*-дихлорбензол; 14 — *o*-дихлорбензол