



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

ХЛАДОН И3
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
ГОСТ 23844-79

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

Цена 5 коп.

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. Л. Серушкин, А. П. Орлов, М. М. Немова, Е. Н. Новожилов, Г. Ф. Ничуговский, В. Н. Строгалева, Р. А. Брусиловская

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии **В. Ф. Ростунов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18 сентября 1979 г. № 3579

ХЛАДОН 113**Технические условия**Khladon 113
Specifications**ГОСТ
23844-79**

ОКП 24 1249

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18 сентября 1979 г. № 3579 срок действия установлен

с 01.07. 1980 г.
до 01.07. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на хладон 113 (химическое название трифтортрихлорэтан, символическое обозначение R 113).

Хладон 113—бесцветная жидкость со слабым специфическим запахом.

Хладон 113 предназначен для использования в качестве теплоносителя, растворителя, диэлектрика и в производстве мономеров.

Формула $C_2F_3Cl_3$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 187,38.

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 817—74 в части химического названия, формулы и символического обозначения.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Хладон 113 должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям хладон 113 должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

| Наименование показателя | Норма |
|--|---|
| 1. Внешний вид | Прозрачная жидкость |
| 2. Массовая доля трифтортрихлорэтана, %, не менее | 99,96 |
| 3. Массовая доля тетрафтордихлорэтана, %, не более | 0,01 |
| 4. Массовая доля дифтортетрахлорэтана, %, не более | 0,01 |
| 5. Массовая доля других примесей, определяемых хроматографическим методом, каждая, %, не более | 0,01 |
| 6. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более | 0,001 |
| 7. Кислотность | Должен выдерживать испытание по п. 4.5. |
| 8. Массовая доля свободного хлора | Отсутствие |
| 9. Массовая доля воды, %, не более | 0,003 |

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Хладон 113 является негорючим, невзрывоопасным веществом. Относится к 4-ому классу опасности.

2.2. При нормальных условиях хладон 113 является малотоксичным стабильным веществом; при высоких температурах (выше 300°C) разлагается с образованием высокотоксичных продуктов, поэтому в помещениях, где проводятся работы с хладоном 113, запрещается курить, включать электронагревательные приборы с открытым обогревом и проводить работы с открытым огнем.

2.3. Предельно допустимая концентрация хладона 113 в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) 3000 мг/м³. В концентрациях, превышающих ПДК, хладон 113 обладает наркотическим действием.

2.4. Каждый работающий с хладоном 113 должен быть обеспечен спецодеждой из хлопчатобумажной ткани, резиновыми перчатками по ГОСТ 20010—74 и противогазами с коробкой марки БКФ.

2.5. Помещения, в которых проводятся работы с хладоном 113 должны быть снабжены приточно-вытяжной вентиляцией.

2.6. При аварии емкостей с хладоном 113 всем работающим необходимо покинуть помещение и продолжать работы только после полного проветривания помещения до исчезновения специфического запаха или в изолирующих противогазах.

2.7. При работе с хладоном 113 на открытых площадках следует находиться с наветренной стороны в индивидуальных средствах защиты в соответствии с п. 2.4.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Хладон 113 принимают партиями. Партией считают любое количество хладона 113, однородное по своим показателям качества, оформленное одним документом о качестве.

Документ должен содержать:

- а) наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- б) наименование продукта;
- в) количество единиц продукта в партии;
- г) номер партии;
- д) дату изготовления;
- е) массу нетто и брутто (для бочек);
- ж) результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;
- з) обозначение настоящего стандарта.

3.2. Для проверки качества хладона 113 на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта пробы отбирают в соответствии с ГОСТ 2517—69.

3.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей, проводят повторный анализ на удвоенном количестве единиц продукции той же партии.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб — по ГОСТ 2517—69.

4.2. Определение внешнего вида

Внешний вид определяют визуально. Для этого в чистый сухой цилиндр (ГОСТ 1770—74) из бесцветного стекла вместимостью 0,5 л помещают пробу, взбалтывают и рассматривают в проходящем свете по диаметру цилиндра.

4.3. Определение массовой доли трифтортрихлорэтана, тетрафтордихлорэтана, дифтортетрахлорэтана и других примесей, определяемых хроматографическим методом

4.3.1. Приборы и реактивы

Хроматограф газовый типа ЛХМ-8МД, модель 1 или любого другого типа с детектором по теплопроводности и выносным термостатом испарителя, с порогом чувствительности по пропану не более $1 \cdot 10^{-3}\%$ (по объему) при использовании гелия в качестве газа-носителя.

Колонка газохроматографическая по ГОСТ 16285—74, длиной 3,12 м, диаметром 3 мм.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Микрошприц типа МШ-100.

Штангенциркуль по ГОСТ 166—73 или

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147—73

Набор сит с квадратными ячейками.

Стакан стеклянный лабораторный по ГОСТ 10394—72, вместимостью 250 мл.

Колба стеклянная лабораторная по ГОСТ 10394—72, круглодонная, вместимостью 0,5 л.

Баня водяная.

Шкаф сушильный лабораторный по ГОСТ 7365—55.

Шприц медицинский типа «Рекорд», вместимостью 1 и 5 мл.

Склянка пенициллиновая вместимостью 10—15 мл.

Гелий — газ-носитель.

Жидкость полиметилсилоксановая ПМС-100 по ГОСТ 13032—77.

Носитель твердый — сфероохром-3 или любой другой марки с частицами размером 0,315—0,500 мм.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Метиловый оранжевый (индикатор) по ГОСТ 10816—64, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—74.

1,1,2-Трифтортрихлорэтан не содержащий примесей.

1,2,2-Трифтор-1,2-дихлорэтан с массовой долей основного вещества не менее 99,0%.

1,1-Дифтор-1,2,2-трихлорэтан с массовой долей основного вещества не менее 99,0%.

1,2-Дифтортетрахлорэтан с массовой долей основного вещества не менее 99,0%.

4.3.2. Подготовка к анализу

4.3.2.1. Приготовление сорбента

Твердый носитель — сфероохром-3 просеивают от пыли, отбирают фракцию с частицами размером 0,315—0,500 мм, затем помещают в круглодонную колбу, заливают смесью концентрированной азотной и соляной кислот в соотношении 1:3 и греют на кипящей водяной бане при перемешивании в течение 3 ч. Раствор сливают, заливают свежую порцию смеси кислот. Операцию повторяют три раза. Затем твердый носитель сфероохром-3 отмывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Отмытый носитель высушивают при 120°C, прокаливают в муфельной печи в течение 3 ч при 400—450°C и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

На охлажденный носитель наносят полиметилсилоксановую жидкость ПМС-100 из расчета 20% от массы носителя. Для этого полиметилсилоксановую жидкость ПМС-100 растворяют в хлороформе и полученным раствором заливают носитель. Объем хлороформа, взятый для растворения ПМС-100, должен быть таким, чтобы раствор полностью покрывал носитель. Для равномерной пропитки смесь при постоянном осторожном перемешивании стеклянной палочкой в течение 10 мин выдерживают на водяной бане при 70—80°C до испарения и полного удаления запаха хлороформа и рассыпчатого состояния сорбента. Приготовленным сорбентом заполняют газохроматографическую колонку по инструкции, прилагаемой к прибору. Сорбент стабилизируют введением 8—10 проб при условиях проведения анализа, указанных ниже.

4.3.2.2. Условия проведения анализа

| | |
|---|-------|
| Хроматограф ЛХМ—8МД, модел. 1 | |
| Масса сорбента, не менее, г | 10,25 |
| Плотность набивки, не менее, г/см ³ | 0,46 |
| Температура, °С, | |
| термостата колонок | 70 |
| термостата детектора | 70 |
| термостата испарителя | 125 |
| Скорость газа-носителя гелия, мл/мин | 30 |
| Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч | 600 |
| Ток моста детектора, мА | 140 |
| Объем вводимой пробы, мкл | 15 |
| Шкала регистратора, мВ | 1 |
| Продолжительность снятия одной хроматограммы, мин | 10 |

При использовании газового хроматографа другого типа режим его работы подбирают с учетом особенностей прибора.

4.3.2.3. Градуировка прибора

Количественный состав хладона 113 определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов. В качестве «внутреннего эталона» применяют четыреххлористый углерод.

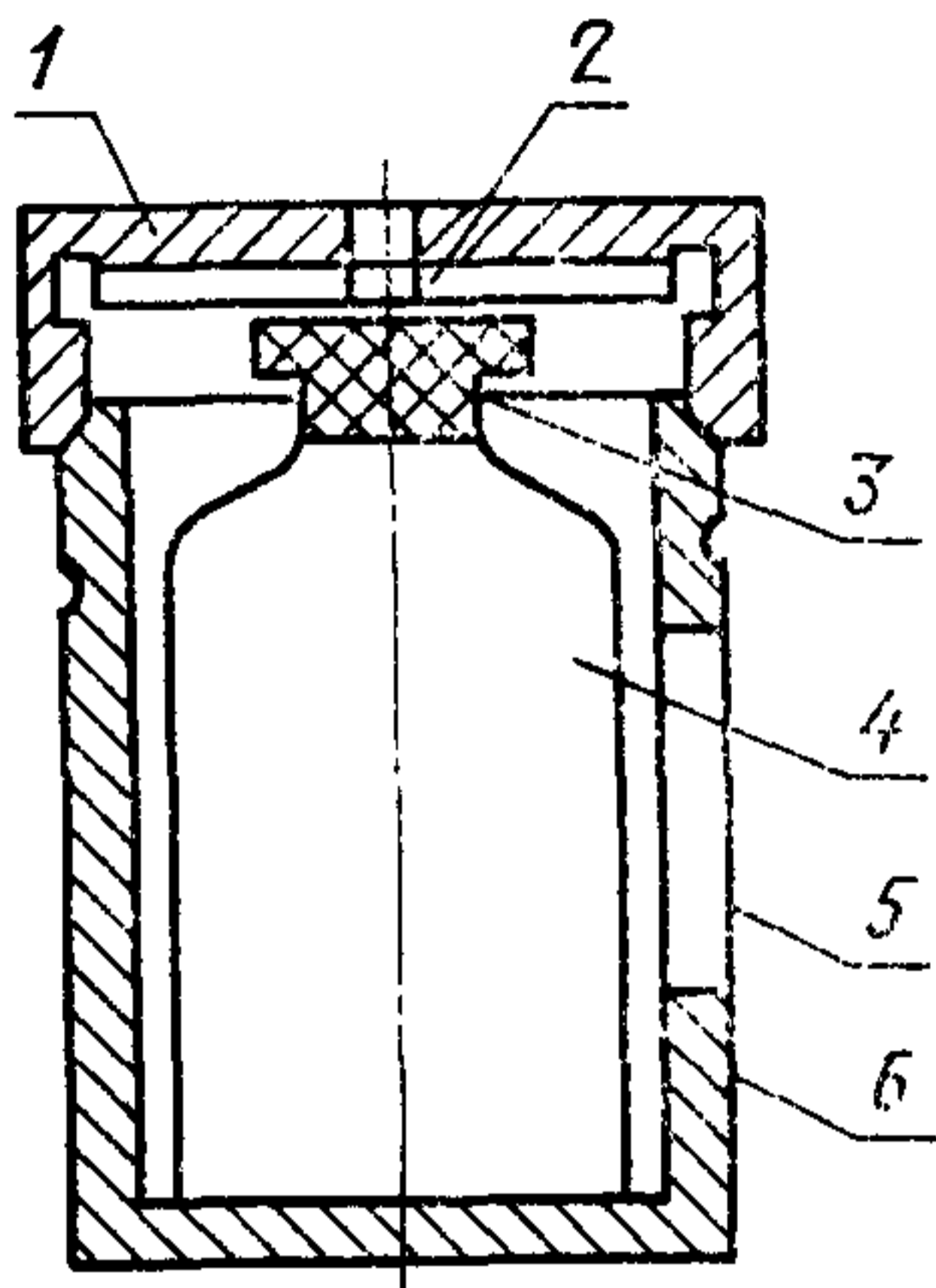
Для определения градуировочных коэффициентов используют не менее 20-ти искусственных смесей, близких по составу к анализируемому продукту. Для этого готовят раствор «внутреннего эталона» следующим образом: 5 мл трифтортрихлорэтана не содержащего примесей, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и добавляют 0,2 мл четыреххлористого углерода, снова взвешивают с той же погрешностью. Массовая доля четыреххлористого углерода в растворе «внутреннего эталона» должна быть примерно $4,2 \pm 0,3\%$. Приготовленный раствор «внутреннего эталона» хранят не более 12 ч.

Искусственные смеси готовят следующим образом: $15,50 \pm 0,50$ г трифтортрихлорэтана не содержащего примесей, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, добавляют по 0,0003—0,015 г

всех примесных компонентов и 0,1 мл раствора «внутреннего эталона». После добавления каждого примесного компонента и раствора «внутреннего эталона» смесь взвешивают с той же погрешностью и тщательно перемешивают.

Затем искусственные смеси хроматографируют при условиях проведения анализа и по полученным хроматограммам рассчитывают градуировочные коэффициенты для каждой примеси.

Металлический стакан



1 — навинчивающаяся крышка; 2 — шайба; 3 — резиновая пробка; 4 — пенициллиновая склянка; 5 — прорезь в металлическом стакане; 6 — корпус металлического стакана

Черт. 1

4.3.3. Проведение анализа

15,50 ± 0,50 г хладона 113 взвешивают в чистой сухой пенициллиновой склянке с резиновой пробкой, предварительно взвешенной, добавляют 0,1 мл раствора «внутреннего эталона» и снова взвешивают. Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г. Склянку устанавливают в металлический стакан (черт. 1). Содержимое склянки тщательно перемешивают и шприцем (предварительно промытым 3—4 раза анализируемым раствором) отбирают 15 мкл анализируемой пробы, прокалывая резиновую пробку, и вводят ее в испаритель хроматографа. Одновременно включают секундомер.

Относительное время удерживания и порядок выхода компонентов приведены в табл. 2 и на черт. 2—3.

Таблица 2

| Наименование компонента | Относительное время удерживания | Наименование компонента | Относительное время удерживания |
|-------------------------|---------------------------------|--------------------------|---------------------------------|
| Воздух | 0,138 | Дифтортрихлорэтан | 0,851 |
| Тетрафтордихлорэтан | 0,202 | Углерод четыреххлористый | 1,000 |
| Трифтордихлорэтан | 0,319 | Дифтортетрахлорэтан | 1,399 |
| Трифтортрихлорэтан | — | | |

4.3.4. Обработка результатов

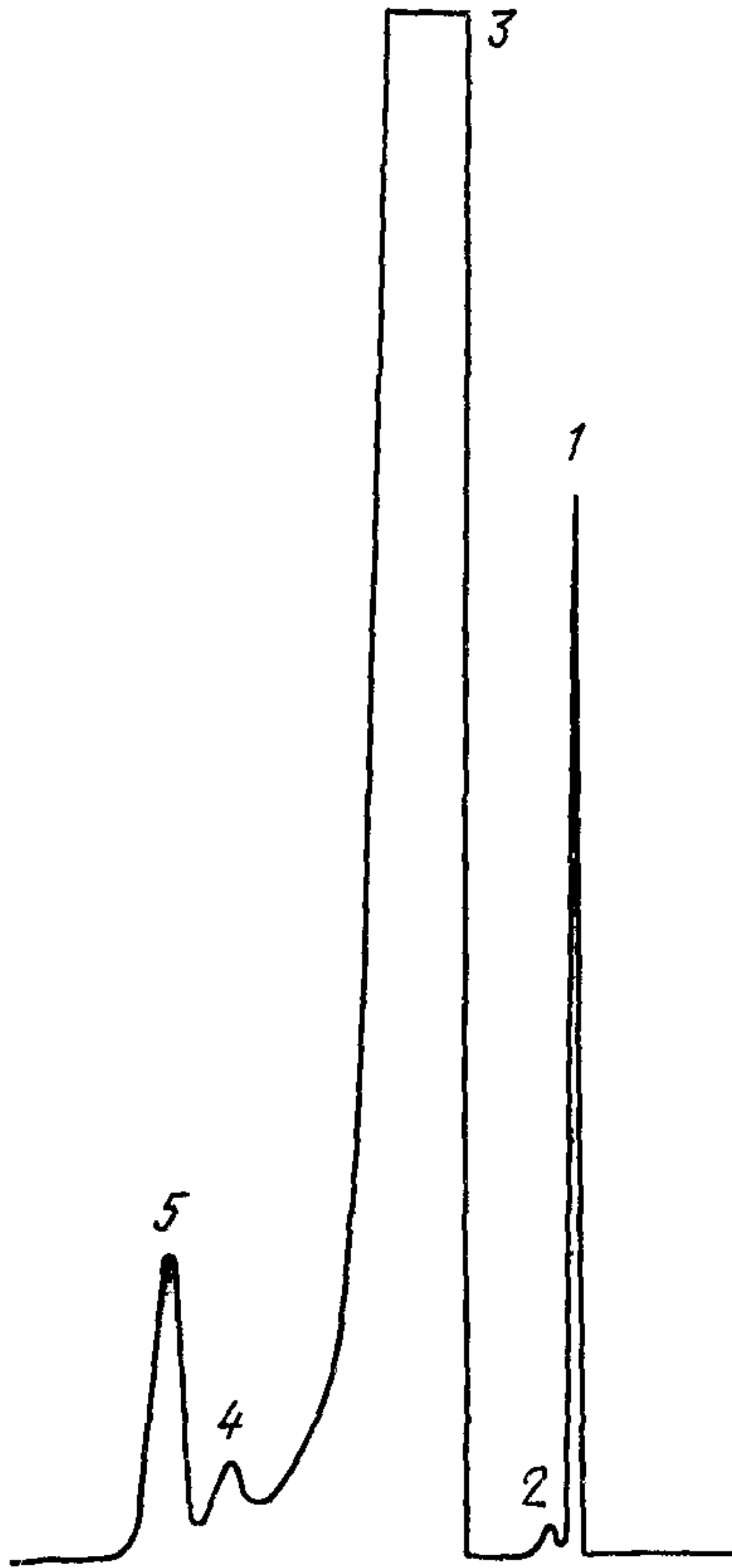
4.3.4.1. Массовую долю четыреххлористого углерода в растворе «внутреннего эталона» (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m_1 + m_2} \cdot 100,$$

где m_1 — масса навески четыреххлористого углерода, г;
 m_2 — масса навески трифтортрихлорэтана, г.

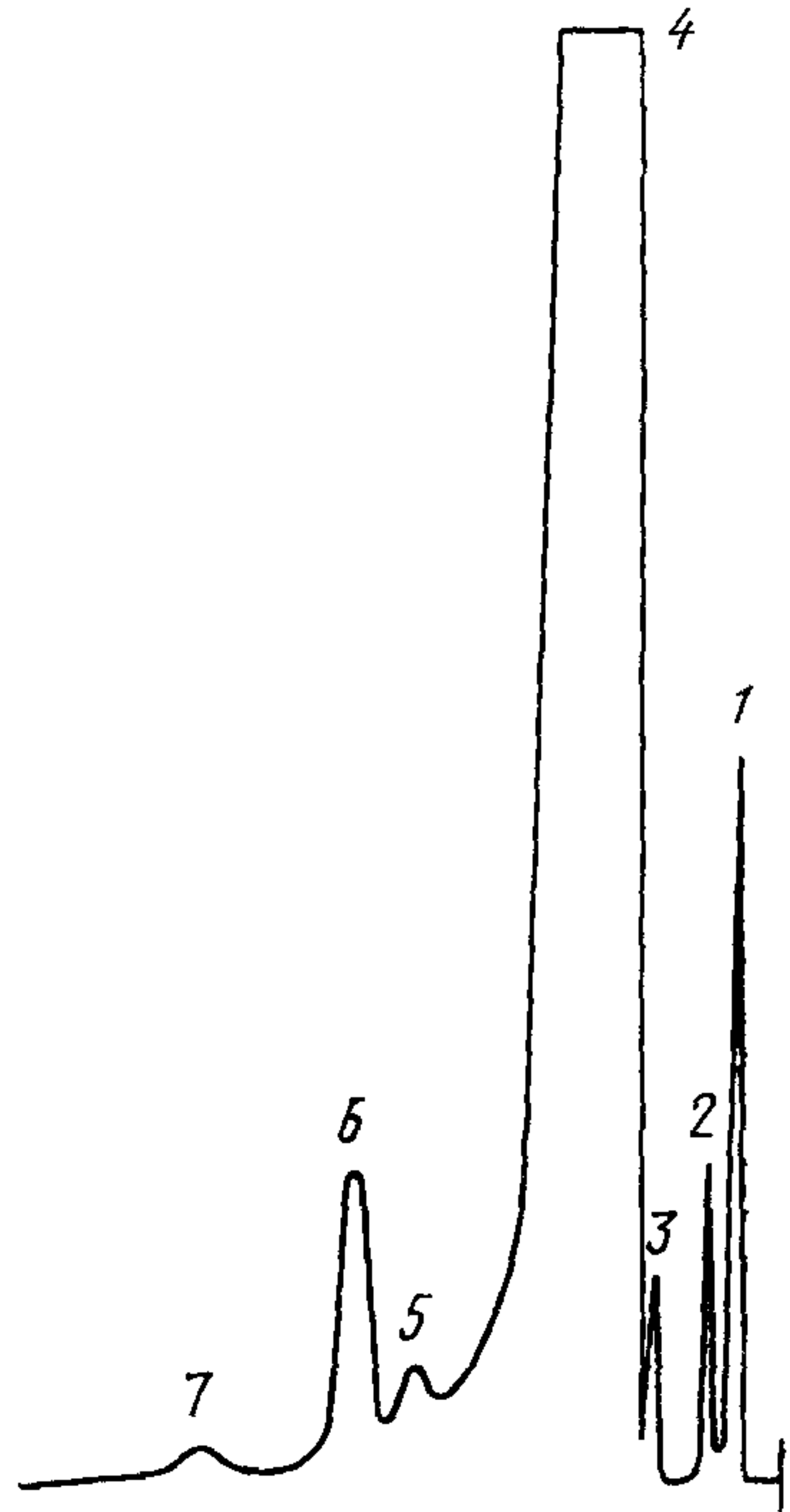
Типовая хроматограмма товарного
хладона 113

Хроматограмма искусственной
смеси



1 — воздух; 2 — 1,2-дихлортetraфторэтан;
 3 — 1,2,2-трифтортрихлорэтан; 4 —
 1,1-дифтор-1,2,2-трихлорэтан; 5 — четырех-
 хлористый углерод

Черт. 2



1 — воздух; 2 — 1,2-дихлортetra-
 фторэтан; 3 — сумма 1,1,1-трифтор-
 2,2-дихлорэтана и 1,2,2-трифтор-
 1,2-дихлорэтана; 4 — 1,2,2-трифтор-
 трихлорэтан; 5 — 1,1-дифтор-1,2,2-
 трихлорэтан; 6 — четыреххлористый
 углерод; 7 — 1,2-дифтортетрахлорэтан

Черт. 3

4.3.4.2. Градуировочные коэффициенты (K) вычисляются по фор-
 муле

$$K = \frac{m_i \cdot S_{\Sigma m}}{m_{\Sigma m} \cdot S_i},$$

где m_i — масса навески i -го компонента, г;

$m_{эм}$ — масса навески четыреххлористого углерода в искусственной смеси, г;

$S_{эм}$ — площадь пика четыреххлористого углерода, мм²;

S_i — площадь пика i -го компонента в искусственной смеси, мм².

Площади пиков вычисляют умножением высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Все измерения ширины пика ведут от внешней стороны одной линии до внутренней стороны другой линии. Отсчет высоты ведут от прямой, соединяющей нулевую линию до и после пика.

Ориентировочные значения градуировочных коэффициентов приведены в справочном приложении.

4.3.4.3. Массовую долю четыреххлористого углерода, добавленного в анализируемую пробу (X_1), в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_3 \cdot X}{m_3 + m_4},$$

где m_3 — масса навески раствора «внутреннего эталона», г;

m_4 — масса навески анализируемой пробы, г;

X — массовая доля четыреххлористого углерода в растворе «внутреннего эталона», %.

4.3.4.4. Массовые доли примесей в трифтортрихлорэтаноле (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot K_i \cdot X_1}{S \cdot (100 - X_1)},$$

где S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

S — площадь пика четыреххлористого углерода, мм²;

K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

X_1 — массовая доля четыреххлористого углерода, добавленного в анализируемую пробу, %.

4.3.4.5. Массовую долю трифтортрихлорэтанола (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = 100 - \sum X_i,$$

где $\sum X_i$ — сумма массовых долей всех примесей, определяемых хроматографическим методом, %.

Чувствительность метода для тетрафтордихлорэтанола и трифтордихлорэтанола — 0,001%, для дифтортрихлорэтанола и дифтортетрахлорэтанола — 0,007%.

Максимальная относительная ошибка определения в области, близкой к пороговой концентрации, для примесных компонентов — 10%.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать для каждой примеси 0,002%, для трифтортрихлорэтана 0,009%.

4.4. Определение массовой доли нелетучего остатка

4.4.1. Приборы и посуда

Шкаф сушильный лабораторный по ГОСТ 7365—55.

Эксикатор по ГОСТ 6371—73.

Баня водяная.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 100 мл.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147—73, диаметром 100—120 мм.

4.4.2. Проведение анализа

100 мл хладона 113 помещают в фарфоровую чашку, предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, медленно испаряют на водяной бане до суха, высушивают в сушильном шкафу при 100—105°C до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с той же погрешностью.

4.4.3. Обработка результатов

Массовую долю нелетучего остатка (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{V \cdot 1,576} \cdot 100,$$

где m_2 — масса чашки с нелетучим остатком, г;

m_1 — масса пустой чашки, г;

V — объем пробы, мл;

1,576 — плотность хладона 113 при 20°C, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, при этом допускаемые расхождения между наиболее отличающимися значениями не должны превышать 32% отн.

4.5. Определение кислотности

4.5.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Метиловый оранжевый (индикатор) по ГОСТ 10816—64.

Колба коническая по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100 мл.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10 мл.

4.5.2. Проведение анализа

10 мл хладона 113 и 10 мл дистиллированной воды помещают в колбу, интенсивно перемешивают, после отстаивания прибавляют 2—3 капли индикатора и наблюдают цвет раствора визуально. Продукт соответствует требованиям настоящего стандарта, если цвет раствора остается оранжевым.

4.6. Определение массовой доли свободного хлора

4.6.1. Реактивы и посуда

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 10%-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор.

Колба коническая по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100 мл.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 2 и 10 мл.

4.6.2. Проведение анализа

10 мл хладона 113 заливают в колбу, прибавляют 10 мл раствора йодистого калия, 2 мл раствора крахмала и перемешивают. Продукт соответствует требованиям настоящего стандарта, если в течение 2 мин в растворе не будет синей окраски.

4.7. Определение массовой доли воды

4.7.1. Реактивы, приборы и посуда

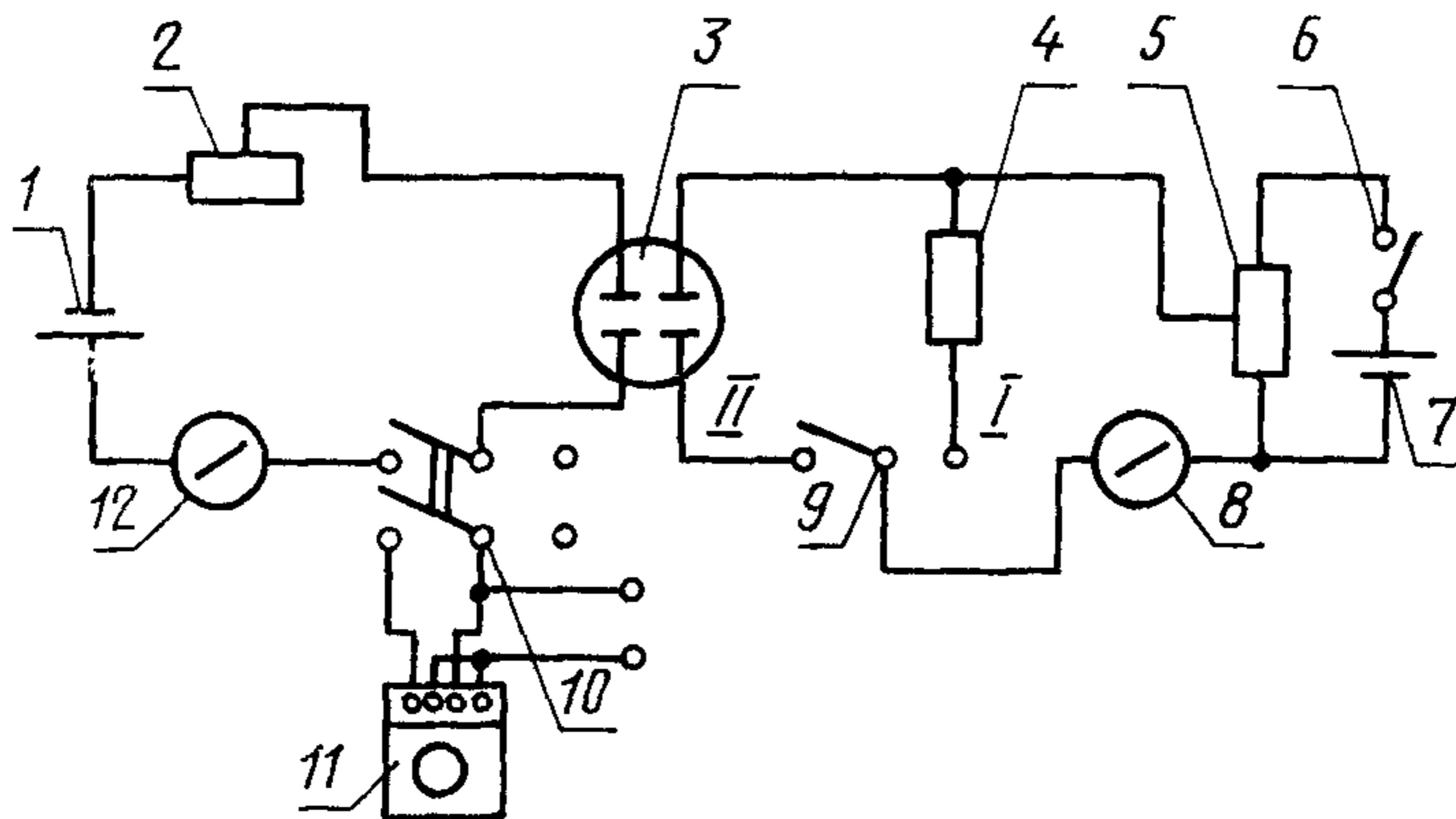
Реактив Фишера.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77, х.ч.

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77, прокаленный.

Установка электрическая для кулонометрического титрования (черт. 4), включающая:

Электрическая схема кулонометрической установки



1 — источник постоянного тока; 2 — переменное сопротивление на 5 кОм; 3 — кулонометрическая ячейка; 4 — постоянное сопротивление; 5 — переменное сопротивление на 100—200 Ом; 6, 9, 10 — тумблеры; 7 — сухая батарея; 8 — микроамперметр; 11 — электросекундомер; 12 — миллиамперметр

Черт. 4

источник постоянного тока, обеспечивающий выходное напряжение не менее 50 В и силу тока не менее 50 мА;

микроамперметр постоянного тока с классом точности не ниже 2,5 и с падением напряжения на шкале 100 мкА не более 20 мВ;

миллиамперметр постоянного тока с классом точности не ниже 1,5, со шкалой 0—10, 0—20, 0—50 мА;

сопротивление переменное (потенциометр) на 5 кОм, мощностью не менее 2 Вт;

сопротивление переменное (потенциометр) на 100—200 Ом, мощностью не менее 1 Вт;

сопротивление постоянное на 10 кОм, мощностью не менее 0,25 Вт;

тумблеры-переключатели — 3 шт;

батарею сухую на 1,5 В;

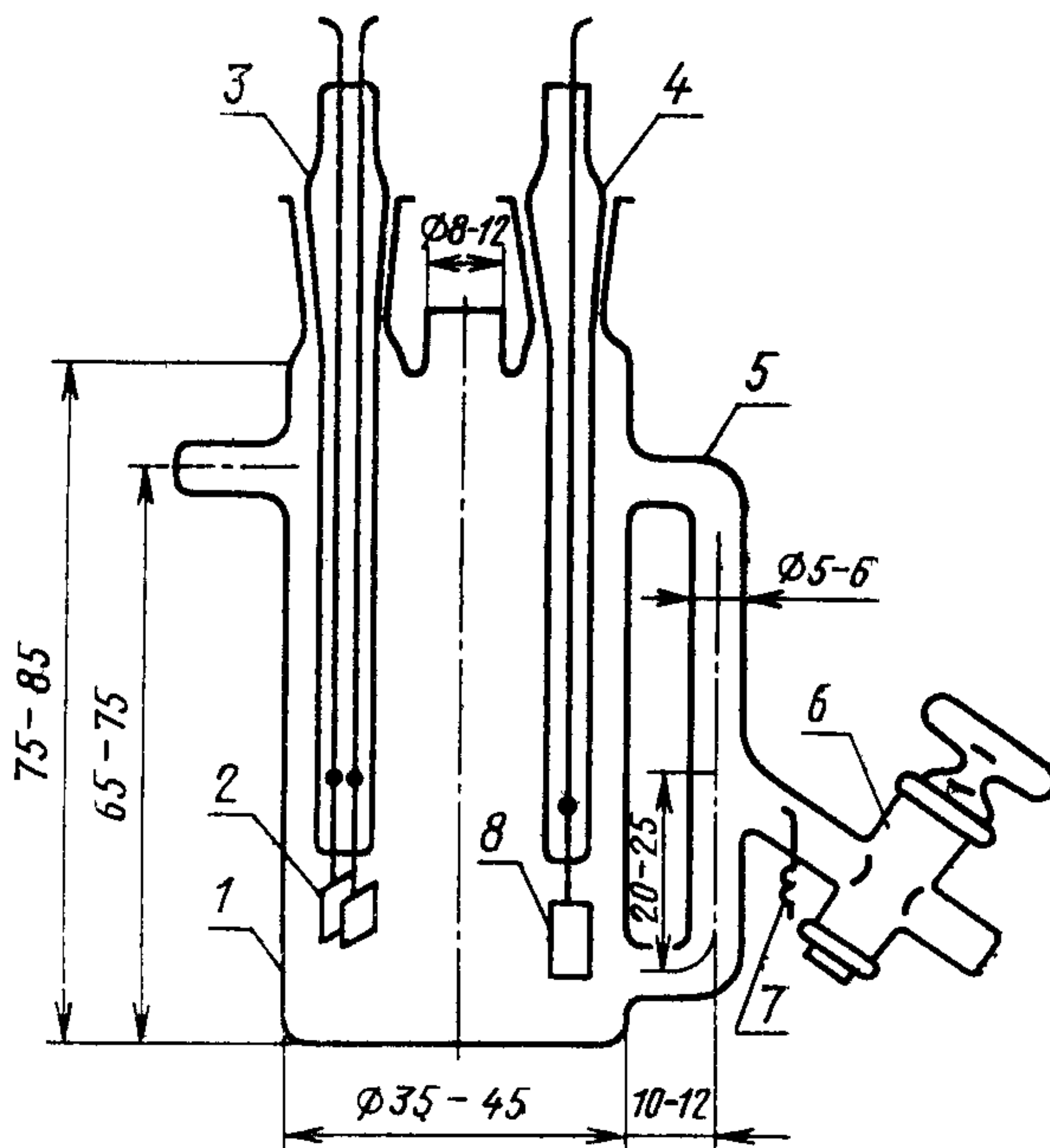
ячейку кулонометрическую (черт. 5);

электросекундомер по ГОСТ 7412—77 или

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Фольга платиновая по ГОСТ 8401—57, толщиной 0,2 мм, общим размером 1,5×1,0 см.

Ячейка для кулонометрического титрования



Черт. 5

Проволока платиновая по ГОСТ 18389—73, диаметром 0,5 мм, общей длиной 8 см.

Шприц медицинский на 2 или 5 мл.

Допускается использовать любую кулонометрическую установку для определения массовой доли воды по Фишеру с параметрами, близкими к указанным выше.

4.7.2. Подготовка к анализу

4.7.2.1. Описание электрической схемы

Электрическая схема кулонометрической установки (черт. 4) состоит из двух независимых цепей — генераторной и индикаторной.

Генераторная цепь включает в себя источник постоянного тока 1, переменное сопротивление 2 и миллиамперметр 12 для измерения силы генераторного тока между катодом и анодом генераторной цепи в электролите, заполняющем кулонометрическую ячейку. Одновременно с замыканием генераторной цепи предусмотрено включение электросекундомера 11 для измерения продолжительности титрования.

Для определения момента окончания титрования служит биамперометрическая система индикации, состоящая из сухой батареи 7 (источника постоянного напряжения) и микроамперметра 8, служащего для указания величины тока на индикаторных электродах, когда переключатель 9 находится в положении II. Когда переключатель 9 находится в положении I, микроамперметр 8 измеряет напряжение, подаваемое на индикаторные электроды.

4.7.2.2. Описание кулонометрической ячейки

Ячейка для кулонометрического титрования (черт. 5) представляет собой стеклянный сосуд (анодная камера 1), в боковую стенку которого впаяна обоими концами катодная трубка 5 с отводом, расположенным под углом 30—60° к катодной трубке. На отводе расположен кран 6 для слива католита. В отвод катодной трубки впаян катод — платиновая проволока 7. В анодную камеру на шлифе вставляют анодную трубку 4, в которую с помощью платиновой проволоки спаивают платиновый анод 8 размером 1×1 или 1,0×0,5 см. На другом шлифе помещают трубку 3 с двумя одинаково изготовленными индикаторными электродами 2 размером 0,5×0,5 см каждый. Один из выводов индикаторных электродов изолирован во избежание короткого замыкания. Выводы всех электродов представляют собой медную проволоку, приваренную к платиновой. В верхней части анодной камеры предусмотрена трубка для выхода газов, снабженная хлоркальциевой трубкой. Отверстие для внесения пробы в анодную камеру закрыто пробкой или резиновым колпачком.

4.7.2.3. Приготовление раствора реактива Фишера

Пиридиновый раствор двуокиси серы (раствор № 1 в комплекте реактива Фишера) и метанольный раствор йода (раствор № 2) смешивают 1:2 и разбавляют метанолом в два раза. Раствор должен содержать избыток йода, о чем свидетельствует его интенсивная окраска, которая быстро исчезает после добавления капли во-

ды к нескольким миллилитрам раствора. Приготовление раствора необходимо проводить за 2—3 суток до его применения и хранить в темной склянке без доступа атмосферной влаги.

4.7.2.4. Подготовка установки к работе

В ячейку заливают раствор реактива Фишера до уровня, приблизительно на 5 мм выше отводной трубки, которую заполняют путем открывания крана. Включают магнитную мешалку, выпрямитель-стабилизатор, индикаторную систему, тумблер 9 (черт. 4) ставят в положение I и потенциометром 5 по микроамперметру 8 устанавливают индикаторное напряжение равным 0,10—0,15 В на шкале 100 мкА, после чего тумблер 9 возвращают в положение II на измерение индикаторного тока. При избытке йода в растворе электролита величина индикаторного тока обычно равна 1—5 мА. Этот избыток устраняют осторожным добавлением воды очень малыми порциями до концентрации, при которой индикаторный ток составляет 70—90 мкА. Если же индикаторный ток снижается до нуля (что свидетельствует о полном отсутствии йода или даже небольшом избытке воды), то его доводят до указанного значения с помощью йода, генерируемого на аноде при замкнутой генераторной цепи. При значительном избытке воды, т. е. когда продолжительная генерация не приводит к появлению йода, в электролит целесообразно прибавить свежего раствора реактива Фишера по каплям до устойчивого отклонения стрелки микроамперметра. Если индикаторный ток заметно не снижается в течение 5 мин, а колеблется вблизи фиксированного значения, например, 80 мкА, установка готова для проведения анализа.

4.7.3. Проведение анализа

2—5 мл хладона 113 осторожно отбирают шприцем и быстро вносят в ячейку, прокалывая иглой пробку или колпачок. Приблизительно через 30 с включают генераторный ток с одновременным включением секундомера и генерацию йода ведут до зафиксированного значения индикаторного тока перед внесением пробы. В этот момент генерацию выключают и время титрования отмечают по электросекундомеру или секундомеру. Если после выключения индикаторный ток быстро снижается, то снова включают генерацию и в расчет принимают суммарное время титрования. После каждых 5 мин генерации сливают 3—5 капель электролита через отводную трубку.

4.7.4. Обработка результатов

Массовую долю воды (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{i \cdot t \cdot M \cdot 100}{m \cdot 2 \cdot 96500} \cdot \frac{V_0}{V_0 + V},$$

где i — сила генераторного тока, А;

t — время титрования, с;

M — молекулярная масса воды;

m — масса пробы, равная объему пробы, умноженному на плотность хладона 113 при 20°C, г; (см. справочное приложение)

2 — стехиометрический коэффициент для воды;

96500 — число Фарадея;

$\frac{V_0}{V_0+V}$ — поправка на разбавление электролита;

V_0 — объем электролита до внесения пробы, мл;

V — объем пробы, мл.

Поправку на разбавление учитывают при условии, если после внесения пробы индикаторный ток не снизится до нуля. Без смены электролита в ячейке можно провести два-три последовательных определения. Смену электролита производят с помощью сифона в промежуточную склянку, откуда сливают в бутылку для отходов реактива Фишера. Затем заливают свежий электролит как описано выше.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 15% относительно средней величины.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Хладон 113 заливают в бочки из алюминия по ГОСТ 21029—75, типа I, вместимостью 100 и 250 л или бочки из алюминия марок АД0М, АД1М, А—5М, А—6М высотой 755 ± 4 мм, внутренним диаметром 445 ± 1 мм, толщиной стенок 3—4 мм, вместимостью 100 л.

5.2. Бочки герметично закрывают навинчивающимися пробками с прокладками, обеспечивающими герметичность. Прокладки к пробкам изготовляют из материала, стойкого к хладону 113 фторопласт по ГОСТ 10007—72, прокладочный пластикат, полиэтилен. Внутренняя поверхность бочек перед заполнением хладоном 113 должна быть сухой и чистой.

5.3. На каждый литр вместимости бочки следует наполнять не более 1,4 кг хладона 113.

5.4. Тара для продукции, отправляемой в районы Крайнего Севера, должна соответствовать ГОСТ 15846—79.

5.5. Хладон 113 относится к 9 классу, подклассу 9.3 в соответствии с классификацией опасных грузов по ГОСТ 19433—74. Допускается перевозка хладона в контакте с другими веществами по правилам перевозки опасных грузов, утвержденных в установленном порядке.

5.6. Транспортную тару с хладоном маркируют по ГОСТ 14192—77 с указанием дополнительных обозначений:

- а) наименования предприятия-изготовителя и его товарного знака;
- б) наименования продукта;
- в) даты изготовления;
- г) номера партии и номера места;
- д) обозначения настоящего стандарта;
- е) манипуляционного знака «Герметичная упаковка».

5.7. Хладон 113 транспортируют всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах и универсальных контейнерах в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на соответствующем виде транспорта.

Пакетирование производится по согласованию с потребителем на поддонах размером 800×1200 мм по ГОСТ 21929—76.

5.8. Хладон 113 хранят в таре изготовителя в крытых складских помещениях в условиях, исключающих воздействие прямых солнечных лучей, вдали от нагревательных приборов.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества хладона 113 требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения хладона 113— шесть месяцев со дня изготовления.

По истечении гарантийного срока хранения хладон 113 перед употреблением должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ХЛАДОНА 113

| | |
|---|-----------------------|
| Температура кипения, °С | 47,6 |
| Температура плавления, °С | минус 35 |
| Критические константы | |
| температура, °С | 214,0 |
| давление, мПа | 3,3 |
| плотность, г/см ³ | 0,576 |
| Плотность при 20°C, г/см ³ | 1,576 |
| Вязкость при 25°C, сП | 0,68 |
| Поверхностное натяжение, дин/см | 19,6 |
| Теплота образования, ккал/моль | минус 181,4±1,8 |
| Теплота испарения, кал/г | 35,07 |
| Теплоемкость, кал/г·°С | 0,218 |
| Теплопроводность, Вт/м·°С | 777·10 ⁴ |
| Электропроводность при 22°C, Ом ⁻¹ ·см ⁻¹ | 2,2·10 ⁻¹³ |
| Диэлектрическая постоянная при 20°C | 2,41 |
| Коэффициент преломления при 20°C, n_D^{20} | 1,3588 |
| Растворимость хладона в воде при 25°C, % мас. | 0,017 |
| Растворимость воды в хладоне при 25°C, % мас. | 0,011 |
| Ориентировочные градуировочные коэффициенты | |
| тетрафтордихлорэтан | 1,1 |
| трифтордихлорэтан | 1,1 |
| дифтортрихлорэтан | 1,9 |
| дифтортетрахлорэтан | 3,0 |
| неиндентифицированная примесь | 1,0 |

Редактор А. С. Пшеничная
Технический редактор В. Н. Прусакова
Корректор М. А. Онощенко

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 24 1249 0200 01.

Вводную часть дополнить абзацем (после первого): «Установленные настоящим стандартом показатели технического уровня предусмотрены для высшей категории качества».

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.3—1.3.3:

«1.3. Охрана природы

1.3.1. Хладон 113 при температуре до 300 °С является стабильным и малотоксичным продуктом, при воздействии открытого огня разлагается с выделением токсичных продуктов: фосгена и окиси углерода.

1.3.2. При производстве хладона 113 должны быть предусмотрены мероприятия по обезвреживанию технологических выбросов в атмосферу и сбросов в сточные воды.

1.3.3. Защита природной среды от вредных воздействий должна быть обеспечена тщательной герметизацией технологического оборудования, тары, устройством вентиляционных отсосов в местах возможного выделения хладона».

Пункт 2.4. Исключить слова: «по ГОСТ 20010—74».

Пункт 3.1 после слов «Партией считают любое количество хладона 113» дополнить словами: «но не более 70 т»; подпункт а. Заменить слово: «и» на «или».

Пункты 3.2, 4.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2517—69 на ГОСТ 2517—80.

Пункт 4.1 дополнить словами: «Объем отобранной пробы должен быть не менее 500 см³».

Пункт 4.3.1. Заменить ссылки: ГОСТ 16285—74 на ГОСТ 16285—80, ГОСТ 166—73 на ГОСТ 166—80, ГОСТ 9147—73 на ГОСТ 9147—80, ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82; исключить слова: «по ГОСТ 7365—55».

(Продолжение изменения к ГОСТ 23844—79)
(Продолжение см. стр. 230)

Пункт 4.3.4.4. Формулу изложить в новой редакции:

229

$$X_i = \frac{S_i K_i X_1}{S(100 - X_1)} \cdot 100.$$

Пункт 4.4.1. Заменить ссылки: ГОСТ 6371—73 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 9147—73 на ГОСТ 9147—80; исключить слова: «по ГОСТ 7365—55».

Пункты 4.5.1, 4.6.1. Заменить ссылку: ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 4.7 изложить в новой редакции: «4.7. Определение массовой доли воды

Определение проводят по ГОСТ 24614—81 кулонометрическим методом с реактивом Фишера».

Пункты 4.7.1—4.7.4 исключить.

Пункт 5.1 изложить в новой редакции: «5.1. Хладон 113 заливают в бочки из алюминия марок АД0М, АД1М, А-5М, А-6М, высотой (755±4) мм, внутренним диаметром (445±1) мм, толщиной стенок 3—4 мм, вместимостью 100 дм³, изготовленные по технической документации, утвержденной в установленном порядке, алюминиевые бочки по ГОСТ 21029—75, типа I, вместимостью 100 и 250 дм³. По согласованию с потребителем хладон 113 допускается заливать в поддоны-цистерны типа СПЦ-4—1, изготовленные по технической документации, утвержденной в установленном порядке, вместимостью до 1 м³ и в контейнеры-цистерны по ГОСТ 24582—81 типа СКЦ-4 малотоннажные и среднетоннажные. Котел контейнера-цистерны, поддона-цистерны изготовляют из коррозионно-стойкой стали марок 12Х18Н10Т, 08Х21Н6М2Т, 08Х22Н6Т, 08Х13 по ГОСТ 5632—72».

Пункт 5.2. Заменить ссылку и слово: ГОСТ 10007—72 на ГОСТ 10007—80, «бочек» на «емкостей».

Пункт 5.5. Заменить слова и ссылку: «подклассу 9.3» на «подклассу 9.2, категории 922», ГОСТ 19433—74 на ГОСТ 19433—81.

(Продолжение см. стр. 231)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23844—79)

Пункт 5.6. Подпункт *а*. Заменить слово: «и» на «или»; подпункт *е* дополнить словами: «Бойтса нагрева»;

дополнить подпунктом — *ж*: «ж) массы нетто и брутто»;

дополнить абзацем: «Маркировку цистерн и контейнеров-цистерн производят в соответствии с правилами перевозки грузов».

Пункты 5.7, 5.8, 6.2 изложить в новой редакции: «5.7. Хладон 113 транспортируют транспортом всех видов, кроме воздушного, в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на транспорте данного вида.

Хладон 113 в бочках и поддонах-цистернах транспортируют в крытых транспортных средствах. С 1 января 1986 г. транспортирование бочек осуществляют транспортными пакетами и мелкими отправлениями.

По согласованию с потребителем хладон 113 транспортируют в железнодорожных вагонах-цистернах по ГОСТ 10674—82. Котел вагона-цистерны изготовляют из коррозионно-стойкой стали марок 12Х18Н10Т, 08Х21Н6М2Т, 08Х22Н6Т, 08Х13 по ГОСТ 5632—72.

Контейнеры-цистерны транспортируют на открытых железнодорожных плат-

(Продолжение см. стр. 232)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23844—79)

формах с размещением в один ярус: контейнеров-цистерн вместимостью 2 т — 24 шт., 5 т — 12 шт.

Поддоны-цистерны допускается транспортировать в универсальных контейнерах по ГОСТ 18477—79, типа УУК-5У (не более 4 шт.), типа УУК-3 (не более 2 шт.), в железнодорожных вагонах — не более 50 шт.

Пакетирование производят в соответствии с ГОСТ 21929—76 на поддонах по ГОСТ 24597—81 размером 840×1240 мм. Количество единиц в пакете для бочек по ГОСТ 21029—75 вместимостью 100 дм³ — 3 шт., для бочек, изготовленных по технической документации, вместимостью 100 дм³ — 3—4 шт.

5.8. Хладон 113 хранят в герметически закрытых бочках пробками вверх сроком не более 40 сут или в специальных стационарных емкостях, изготовленных из коррозионно-стойкой стали марок 08Х13, 08Х21Н6М2Т, 08Х22Н6Т, 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632—72 и алюминия по ГОСТ 4784—74 в крытых складских помещениях в условиях, исключающих воздействие прямых солнечных лучей на расстоянии не менее 1 м от нагревательных приборов.

6.2. Гарантийный срок хранения хладона 113 — один год со дня изготовления».

Изменение № 2 ГОСТ 23844—79 Хладон 113. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.06.89 № 1873

Дата введения 01.01.90

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см³, л на дм³, мкл на мм³.

Вводная часть. Последний абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблица 1. Графа «Наименование показателя». Показатель 7 изложить в новой редакции:

| Наименование показателя | Норма |
|-------------------------------|-------|
| 7. рН водной вытяжки, не ниже | 4,4 |

Графа «Норма». Для показателя 9 заменить значение: 0,003 на 0,002.

Пункт 2.3. Заменить значение: 3000 мг/м³ на 5000 мг/м³.

Пункты 3.2, 4.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2517—80 на ГОСТ 2517—85.

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.1а (перед п. 4.1): «4.1а. Допускается применение аппаратуры и посуды с метрологическими характеристиками не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 4.3.1. Наименование изложить в новой редакции: «4.3.1. *Аппаратура, посуда и реактивы*»;

первый—четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Хроматограф газовый типа ЛХМ-80 или любого другого типа с детектором по теплопроводности и выносным термостатом испарителя, с пределом обнаружения по пропану не более $5 \cdot 10^{-4}$ % (по объему) при использовании гелия в качестве газа-носителя.

Колонка газохроматографическая длиной 3 м, внутренним диаметром 3 мм.

Секундомер по ГОСТ 5072—79 2-го класса точности с емкостью шкалы счетчика минут 30 мин, с ценой деления 0,20 с и погрешностью не более $\pm 0,60$ с.

Микрошприц МШМ с погрешностью не более $\pm 0,4$ мм³»;

пятый абзац исключить;

шестой абзац дополнить словами: «с диапазоном измерения от 0 до 300 мм, ценой деления 1 мм, погрешностью $\pm 0,1$ мм»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Сита с сетками проволочными ткаными по ГОСТ 6613—86»;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Шприц медицинский вместимостью 1 и 5 см³ с погрешностью не более $\pm 0,05$ см³ и $\pm 0,2$ см³ соответственно»;

дополнить абзацами (после тринадцатого): «Лупа по ГОСТ 25706—83, типа ЛИ-3—10, с ценой деления 0,1 мм.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 2 кг, с погрешностью взвешивания $\pm 0,0003$ г и $\pm 0,5$ г соответственно и весы лабораторные ВЛР-200 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью взвешивания $\pm 0,0005$ г.

Термометр лабораторный с пределами измерения от 0 до 105 °С и от 0 до 150 °С, с ценой деления 0,5 °С, погрешностью $\pm 1,0$ °С»;

двадцать третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 20015—74 на ГОСТ 20015—88.

Пункт 4.3.2.2. Наименование изложить в новой редакции: «4.3.2.2. *Режим работы хроматографа*».

Пункт 4.3.2.3. Второй абзац. Исключить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г», «с той же погрешностью»; заменить значение: $4,2 \pm 0,3$ % на $(4,2 \pm \pm 0,3)$ %;

(Продолжение см. с. 180)

третий абзац. Исключить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г», «с той же погрешностью»; заменить значение и слова: $15,50 \pm 0,50$ г на $(120,50 \pm \pm 0,50)$ г; «по 0,0003—0,015 г всех примесных компонентов» на «все примесные компоненты»;

дополнить абзацем (после третьего): «Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 4.3.3. Первый абзац. Заменить значение: $15,50 \pm 0,50$ г на $(120,50 \pm \pm 0,50)$ г;

заменить слова: «Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г» на «Результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 4.3.4.5. Третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Допускаемая суммарная погрешность результата анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ представлена в табл. 3.

Таблица 3

| Определяемый компонент | Допускаемая суммарная погрешность, % |
|------------------------|--------------------------------------|
| Тетрафтордихлорэтан | $\pm 0,0001$ |
| Трифтордихлорэтан | $\pm 0,0001$ |
| Дифтортрихлорэтан | $\pm 0,0007$ |
| Дифтортетрахлорэтан | $\pm 0,0007$ |
| Трифтортрихлорэтан | $\pm 0,004$ |

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное для каждой примеси $\pm 0,002$ %, для трифтортрихлорэтана $\pm 0,009$ %».

Пункт 4.4.1 дополнить абзацем (перед первым): «Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью не более $\pm 0,0005$ г»;

пятый абзац. После слов «по ГОСТ 9147—80» дополнить словами: «или кварцевая».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Проведение анализа

100 см³ хладона 113 помещают в фарфоровую или кварцевую чашку, предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную, медленно испаряют на водяной бане досуха, высушивают в сушильном шкафу при $(100—105)$ °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 4.4.3. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов, расхождение между наиболее различающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 32 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 16 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункты 4.5, 4.5.1, 4.5.2 изложить в новой редакции:

«4.5. Определение рН водной вытяжки

4.5.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Иономер ЭВ-74 с погрешностью $\pm 0,05$ рН.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный.

Электрод стеклянный.

Мешалка магнитная.

Стакан по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74 вместимостью 25 см³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Продолжение см. с. 181)

Стандарт-титр для приготовления образцовых буферных растворов 2-го разряда по ГОСТ 8.135—74.

4.5.2. Проведение анализа

20 см³ хладона и 20 см³ воды помещают в стакан, который ставят на магнитную мешалку. В водный слой вводят электродную пару стеклянный-хлорсеребряный электроды и перемешивают в течение (4 ± 1) мин. Затем мешалку выключают и после отстаивания измеряют рН водной вытяжки.

За результат анализа принимают результат единичного измерения.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,05$ рН при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 4.6.1. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %», «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,5 %».

Пункт 5.1 после слов «внутренним диаметром (445 ± 1) мм» дополнить словами: «наружным диаметром (495 ± 5) мм»;

после слов «типа 1» изложить в новой редакции: «емкостью 110 и 275 дм³, бочки по ГОСТ 26155—84 из стали по ГОСТ 5632—72 марки 12X18H10T емкостью 100, 150 и 250 дм³, поддоны-цистерны типа СПЦ-4—1, изготовленные по технической документации, утвержденной в установленном порядке, емкостью 1 м³ и в контейнеры-цистерны типа СКЦ-5 малотоннажные и среднетоннажные, в поддоны-резервуары, изготовленные по нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке, емкостью 630 дм³. Котлы контейнеров-цистерн, поддонов-цистерн и поддонов-резервуаров изготавливают из коррозионно-стойкой стали марок 12X18H10T, 08X21H6M2T, 08X22H6T, 08X13 по ГОСТ 5632—72».

Пункт 5.2 после слов «к хладону 113» изложить в новой редакции: «(фторопласты по ГОСТ 10007—80, фторкаучуки). Внутренняя поверхность емкостей перед заполнением хладонем 113 должна быть сухой и чистой, а тара, применяемая впервые — обезжиренной».

Пункт 5.3. Заменить слова: «не более 1,4 кг» на $(1,4 \pm 0,07)$ кг.

Пункт 5.4 дополнить словами: «(группы нефтепродуктов и лакокрасочной продукции)».

(Продолжение см. с. 182)
(Продолжение изменения к ГОСТ 23844—79)

Пункт 5.5 исключить.

Пункт 5.6 изложить в новой редакции: «5.6. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с указанием основных, дополнительных, информационных надписей, манипуляционного знака «Герметичная упаковка», «Бойтсся нагрева» и знака опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, классификационный шифр 6113, черт. 66).

Дополнительно на тару наносят следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

дату изготовления;

номер партии и номер места;

массу нетто и брутто;

обозначение настоящего стандарта».

Пункт 5.7. Второй — четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Хладон 113, упакованный в бочки, транспортируют железнодорожным транспортом повагонно и мелкими отправлениями. Алюминиевые бочки емкостью 100, 110 дм³ и стальные бочки емкостью 100, 150 дм³ транспортируют в пакетированном виде в соответствии с ГОСТ 21929—76, ГОСТ 21650—76, ГОСТ 24597—81, ГОСТ 26663—85.

По согласованию с потребителем хладон 113 транспортируют в железнодорожных цистернах. Котел цистерны изготавливают из коррозионно-стойкой стали марок 12X18H10T, 08X21H6M2T, 08X22H6T, 08X13 по ГОСТ 5632—72 и из алюминия. Расчет степени (уровня) налива цистерн производится с учетом полного использования их емкости (грузоподъемности), а также объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

Контейнеры-цистерны транспортируют на железнодорожных платформах, поддоны-цистерны, поддоны-резервуары транспортируют в крытых железнодорожных вагонах в соответствии с техническими условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения СССР»;

пятый, шестой абзацы исключить.