ГОСТ 9976—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТРИХЛОРЭТИЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 89 «Хлорсодержащие и органические продукты, щелочи»

ВНЕСЕН Госстандартом Российской Федерации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21 октября 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Изменение № 1 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15 от 28 мая 1999 г.)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3308

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 6 марта 1996 г. № 152 межгосударственный стандарт ГОСТ 9976—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 9976—83

5 ИЗДАНИЕ (март 2004 г.) с Изменением № 1, принятым в августе 1999 г. (ИУС 11—99)

© ИПК Издательство стандартов, 1996
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки. 1
3 Технические требования 2
4 Правила приемки 4
5 Методы анализа. 4
6 Транспортирование и хранение 10
7 Гарантии изготовителя. 10

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ТРИХЛОРЭТИЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical trichlorethylene. Specifications

Дата введения 1997—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на технический трихлорэтилен, предназначенный для производства монохлоруксусной кислоты, для экстракции капролактама, для растворения жиров, масел, смол при обезжиривании металлических изделий, для сухой чистки тканей и одежды.

Технический трихлорэтилен — бесцветная прозрачная летучая жидкость.

Формула: C_2HCl_3.

Относительная молекулярная масса (по международным относительным атомным массам 1987 г.) — 131,39.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.4.026—76* Система стандартов безопасности труда. Цвета сигнальные и знаки безопасности

ГОСТ 12.4.121—83 Система стандартов безопасности труда. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5955—75 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 6247—79 Бочки стальные сварные с обручами катания на корпусе. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9385—77 Этилбензол технический. Технические условия

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.026—2001.

Издание официальное

ГОСТ 9557—87 Поддон плоский деревянный размером 800 × 1200 мм. Технические условия

ГОСТ 9968—86 Метилен хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 9991—74 Гексахлорэтан технический. Технические условия

ГОСТ 10671.7—74 Реактивы. Методы определения примеси хлоридов

ГОСТ 13950—91 Бочки стальные сварные и закатные с гофрами на корпусе. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды

ГОСТ 15866—70 Жидкость кремнийорганическая ПФМС-4. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 18995.1—73 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности

ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 22967—90 Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 24597—81 Пакеты тарно-штучных грузов. Основные параметры и размеры

ГОСТ 24614—81 Жидкости и газы, не взаимодействующие с реактивом Фишера. Кулонометрический метод определения воды

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25706—83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 26155—84 Бочки из коррозионно-стойкой стали. Технические условия

ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка

ГОСТ 26663—85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования. Общие технические требования

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29131—91 (ИСО 2211—73) Продукты жидкие химические. Метод измерения цвета в единицах Хазена (платино-кобальтовая шкала)

ГОСТ 29172—91 (ИСО 2210—72) Углеводороды галоидзамещенные жидкие технические. Метод определения остатка после выпаривания

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

3 Технические требования

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

3.2 По физико-химическим показателям трихлорэтилен должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Высший сорт ОКП 24 1226 0120	Первый сорт ОКП 24 1226 0130
1 Массовая доля трихлорэтилена, %, не менее	99,9	98,5
2 Массовая доля винилиденхлорида, %, не более	0,01	Не нормируется
3 Плотность при 20 °С, г/см^3, в пределах	1,463—1,465	1,462—1,466
4 Цвет в единицах Хазена, не более	15	25
5 Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,0006	0,0030
6 Массовая доля воды, %, не более	0,01	0,02

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Норма	
	Высший сорт ОКП 24 1226 0120	Первый сорт ОКП 24 1226 0130
7 pH водной вытяжки	9—10	9—11
8 Массовая доля хлор-иона, %, не более	0,0001	0,0003
9 Проба на фосген	Выдерживает испытание по 5.9 настоящего стандарта	
Примечания 1 **(Исключено, Изм. № 1).** 2 Показатели 6—8 изготовитель определяет по требованию потребителя.		

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3 Технический трихлорэтилен стабилизируют триэтиламином. Применение других стабилизаторов должно быть согласовано с потребителем.

3.4 Требования безопасности

3.4.1 Технический трихлорэтилен — трудногорючая жидкость. Температура самовоспламенения — 380 °С.

Пары трихлорэтилена с воздухом образуют взрывоопасную смесь. Концентрационные пределы распространения пламени: нижний — 12,0 % (по объему); верхний — 40,7 % (по объему). Температурные пределы распространения пламени — от 30 °С до 58 °С.

При контакте со щелочами и при нагревании трихлорэтилена возможно образование самовоспламеняющегося токсичного дихлорацетилена.

При контакте с открытым пламенем нагревания до 110 °С и на солнечном свету трихлорэтилен разлагается с образованием фосгена.

3.4.2 Трихлорэтилен оказывает наркотическое и общетоксическое действие, представляет опасность для сердечно-сосудистой и нервной систем, органов дыхания, зрения, обладает кумулятивным эффектом. При продолжительном воздействии на кожу вызывает поражения типа экземоподобных дерматитов и ожогов с пузырьками, сухость, трещины, потерю чувствительности.

В организм человека трихлорэтилен может поступать ингаляционным путем, через кожу и при случайном попадании через желудок.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров трихлорэтилена в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 10 мг/м^3, третий класс опасности по ГОСТ 12.1.005; в атмосферном воздухе населенных мест: максимальная разовая ПДК — 4 мг/м^3, среднесуточная ПДК — 1 мг/м^3; в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения: ориентировочно допустимый уровень — 0,06 мг/дм^3, лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсический.

3.4.3 Производственные помещения, в которых проводят работы с трихлорэтиленом, должны быть оборудованы общеобменной, местной и аварийной вентиляциями, обеспечивающими концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны не выше установленных ПДК. Производственное оборудование должно быть герметизировано.

В помещениях на видных местах должны быть помещены знаки со смысловым значением «Запрещается пользоваться открытым огнем» (ГОСТ 12.4.026).

При работе с трихлорэтиленом следует соблюдать требования ГОСТ 12.1.010 по обеспечению взрывобезопасности.

3.4.4 Производственный персонал должен быть обеспечен средствами индивидуальной защиты: специальной одеждой согласно типовым отраслевым нормам; резиновыми сапогами; фартуком и перчатками из ткани с пленкой, не растворяющейся в трихлорэтилене; защитными очками; промышленным фильтрующим противогазом марки А по ГОСТ 12.4.121 (в условиях образования фосгена — фильтрующим марки В или изолирующим противогазами).

3.4.5 При загорании для тушения огня следует применять пену, порошки ПСБ и ПСБ-3, объемное тушение, углекислоту.

3.4.6 Пролитый продукт убирают с помощью песка или опилок. Загрязненный участок смывают водой, загрязненные песок и опилки обезвреживают в соответствии с СанПиН № 3183—84 от 29.12.84.

3.5 Маркировка

Маркировка, характеризующая упакованную продукцию, должна содержать следующие данные:

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

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от нагрева».

Маркировка, характеризующая транспортную опасность груза, — по ГОСТ 19433 (классификационный шифр 6113, знак опасности по черт. 6б, серийный номер ООН 1710), аварийная карточка № 120.

3.6 Упаковка

Технический трихлорэтилен высшего сорта заливают в бочки из коррозионно-стойкой стали по ГОСТ 26155 вместимостью 100, 150 и 250 дм^3; первого сорта — в оцинкованные бочки по ГОСТ 13950 типа I вместимостью 100 и 200 дм^3 или по ГОСТ 6247 вместимостью 100, 200 и 275 дм^3. По согласованию с потребителем технический трихлорэтилен первого сорта допускается заливать в неоцинкованные бочки.

Бочки заполняют продуктом до 95 % их вместимости.

Упаковка технического трихлорэтилена должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

4 Правила приемки

4.1 Технический трихлорэтилен принимают партиями. Партией считают любое количество продукта, однородного по показателям качества, сопровождаемого одним документом о качестве.

Каждую железнодорожную или автомобильную цистерну с трихлорэтиленом считают партией.

Документ о качестве должен содержать:

- товарный знак и (или) наименование предприятия-изготовителя;
- наименование продукта, его сорт;
- номер партии и дату изготовления;
- количество упаковочных единиц продукции в партии;
- массы брутто и нетто;
- классификационный шифр 6113 по ГОСТ 19433;
- результаты проведенных анализов и (или) подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта;
- обозначение настоящего стандарта.

4.2 Для контроля качества технического трихлорэтилена отбирают пробы из каждой железнодорожной или автомобильной цистерны.

Объем выборки для контроля качества технического трихлорэтилена в бочках — 10 %, но не менее трех бочек.

Изготовитель контролирует качество продукта по пробе, отобранной из емкости — хранилища товарного продукта.

4.3 При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке от той же партии или вновь отобранной пробе из цистерны (емкости). Результаты повторного анализа распространяют на всю партию.

5 Методы анализа

Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

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

Округление результатов анализа — до того десятичного знака, который указан в таблице технических требований.

5.1 Отбор проб

Точечные пробы отбирают в соответствии с ГОСТ 2517, используя пробоотборники, изготов-

ленные из стекла или нержавеющей стали. При этом из железнодорожной цистерны и емкости — хранилища товарного продукта отбирают пробы с трех уровней (верхнего, среднего и нижнего).

Точечные пробы соединяют, перемешивают и отбирают среднюю пробу объемом не менее 1 $дм^3$.

Среднюю пробу помещают в чистую сухую склянку из темного стекла и герметично укупоривают.

На склянку наклеивают этикетку с указанием наименования предприятия-изготовителя, наименования и сорта продукта, обозначения настоящего стандарта, номера партии, даты отбора пробы, фамилии лица, отобравшего пробу.

5.2 Определение массовых долей трихлорэтилена и винилиденхлорида

Массовую долю трихлорэтилена определяют расчетным путем, вычитая из 100 % сумму массовых долей органических примесей и воды.

Массовые доли органических примесей определяют методом газовой хроматографии.

5.2.1 Аппаратура, реактивы

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с детектором по теплопроводности или с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка газохроматографическая стальная или стеклянная внутренним диаметром 3—4 мм, длиной 3 или 4 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 типа ЛИ по ГОСТ 25706.

Микрошприц МШ-10 по ТУ 2.833.106.

Шприц медицинский стеклянный по ГОСТ 22967.

Печь муфельная, обеспечивающая нагрев до температуры не менее 1000 °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до 200 °С.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Секундомер.

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

Термопара любого типа, обеспечивающая измерение температуры в интервале 850 °С—950 °С.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 10 $см^3$.

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: азот газообразный по ГОСТ 9293 или гелий газообразный очищенный марки А.

н-Декан.

Трихлорэтилен технический по ГОСТ 9976, высший сорт.

Винилиденхлорид, перхлорэтилен, тетрахлорэтан, пентахлорэтан с массовой долей основного вещества 99 %.

Гексахлорэтан по ГОСТ 9991.

Этилбензол по ГОСТ 9385.

Эфир этиловый медицинский.

Метилен хлористый 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, раствор с массовой долей около 1,5 %.

Носитель твердый: сферохром 1 с частицами размером 0,15—0,315 мм или любой другой носитель, обеспечивающий разделение и определение массовых долей компонентов с погрешностью не более, чем на указанных твердых носителях.

Фаза жидкая неподвижная: полиметилфенилсилоксановая жидкость (ПФМС-4) по ГОСТ 15866.

5.2.2 Подготовка к анализу

5.2.2.1 Приготовление насадки и заполнение колонки

Насадку готовят следующим образом: сферохром 1 предварительно обрабатывают раствором соляной кислоты (1:1 по объему) при кипячении в колбе с обратным холодильником в течение 2 ч, затем отмывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с подкисленным азотной кислотой раствором азотнокислого серебра), сушат при 150 °С—200 °С в течение 2—3 ч, прокаливают в муфельной печи при 900 °С в течение 2—3 ч, охлаждают в эксикаторе и отсеивают требуемую фракцию.

Неподвижную фазу наносят на твердый носитель следующим образом: жидкость ПФМС-4, взятую в количестве 15 % от массы твердого носителя, взвешивают по разности (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) и растворяют в хлористом метилене.

Приготовленный раствор при непрерывном перемешивании приливают к твердому носителю, помещенному в выпарительную чашку. Количество раствора должно быть таким, чтобы твердый носитель был полностью смочен раствором. Затем выпарительную чашку помещают на водяную баню, нагретую до (35 ± 3) °С и, непрерывно перемешивая ее содержимое, испаряют растворитель до полного исчезновения запаха.

Хроматографическую колонку последовательно промывают бензолом, хлористым метиленом, этиловым спиртом, ацетоном и сушат сжатым воздухом.

Чистую сухую хроматографическую колонку заполняют насадкой небольшими порциями, уплотняя ее легким постукиванием или с помощью вибратора и водоструйного насоса. Концы колонки закрывают стеклотканью или стекловатой. Заполненную колонку устанавливают в термостат прибора и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 7—8 ч при постепенном повышении температуры от 20 °С до 200 °С. После этого колонку присоединяют к детектору. Монтаж, наладку и вывод хроматографа проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

5.2.2.2 Градуирование прибора

Массовые доли органических примесей определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов. В качестве «внутреннего эталона» используют *н*-декан.

Градуирование хроматографа осуществляют по трем смесям, содержащим определяемые примеси в концентрациях, близких к их концентрациям в продукте. Градуировочные смеси с массовой долей определяемой примеси менее 0,1 % готовят методом последовательного разбавления.

Градуировочные смеси готовят в стеклянном сосуде, закрытом эластичной, устойчивой к воздействию агрессивных сред прокладкой (например силиконовой резиной).

Если сосуд не имеет навинчивающейся крышки, прокладку укрепляют с помощью зажимного устройства любого типа. Допускается использовать для приготовления градуировочных смесей стаканчик для взвешивания. В сосуд последовательно помещают 10—12 г трихлорэтилена хроматографически чистого (растворителя), *н*-декан (внутренний эталон), взятый в количестве 0,1 %—0,2 % от массы растворителя, и определяемую примесь. Допускается использовать в качестве растворителя: для высококипящих примесей — бензол, для низкокипящих — этилбензол. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Погрешность приготовления градуировочной смеси с заданной концентрацией примеси (внутреннего эталона) не должна превышать 5 % относительно заданной концентрации.

Допускается приготовление градуировочной смеси другими способами с погрешностью, указанной выше, и применение веществ, соответствующих определяемым компонентам, с массовой долей основного вещества не менее 95 %.

Из градуировочной смеси микрошприцем отбирают необходимый объем и вводят в испаритель хроматографа 4—5 раз.

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

Хроматографический анализ и градуирование прибора проводят при следующих условиях:

объемный расход газа-носителя, $см^3$/мин . . . . . 60—80
соотношение объемных расходов газа-носителя и водорода 1:1
соотношение объемных расходов газа-носителя и воздуха 1:100

скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	200—400
температура термостата колонки, °С	100—110
температура испарителя, °С	200
температура термостата детектора, °С	180
ток моста, мА	устанавливается в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору
объем вводимой пробы:	
при анализе с детектором по теплопроводности, мм^3	0,5—1,0
при анализе с пламенно-ионизационным детектором, мм^3	0,2

В зависимости от модели применяемого хроматографа в условия градуирования и работы прибора могут быть внесены некоторые изменения с целью достижения полного разделения примесей и определения их массовых долей с указанной погрешностью.

Градуировочный коэффициент K для каждой примеси вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{S_{эт}\, m_i}{S_i\, m_{эт}}, \qquad (1)$$

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

m_i — масса примеси, г;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм^2;

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

При наличии определяемых примесей в трихлорэтилене, используемом для приготовления градуировочных смесей, после введения в него «внутреннего эталона» смесь перемешивают, отбирают необходимый объем и вводят в испаритель хроматографа.

Площадь пика определяемой примеси S_i вычисляют по формуле

$$S_i = S_{i1} - S_{i2}\left(\frac{S_{эт2}}{S_{эт1}}\right), \qquad (2)$$

где S_{i1}, S_{i2} — площадь пика определяемой примеси на хроматограмме градуировочной смеси и исходного трихлорэтилена соответственно, мм^2;

$S_{эт1}$, $S_{эт2}$ — площадь пика «внутреннего эталона» на хроматограмме градуировочной смеси и исходного трихлорэтилена соответственно, мм^2.

За градуировочный коэффициент для каждой примеси принимают среднеарифметическое всех определений. Результаты округляют до второго десятичного знака.

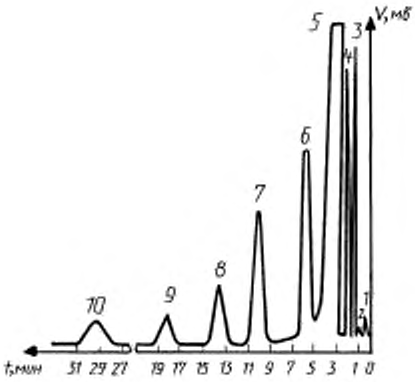
Градуировочные коэффициенты *транс-* и *цис*-дихлорэтилена принимают равными градуировочному коэффициенту винилиденхлорида.

Проверку градуировочных коэффициентов проводят после каждой смены сорбента и при изменении условий хроматографического определения.

5.2.3 Проведение анализа

10—12 г анализируемого продукта и *н*-декан последовательно взвешивают в стеклянном сосуде, закрытом эластичной прокладкой, устойчивой к агрессивной среде, или в стаканчике для взвешивания. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Концентрация *н*-декана должна быть в пределах концентраций определяемых примесей в продукте и находиться в интервале 0,01 %—0,2 % (по массе). При приготовлении анализируемой пробы с массовой долей внутреннего эталона менее 0,1 % (по массе) применяют разбавление. Погрешность приготовления анализируемой пробы с заданной концентрацией внутреннего эталона не должна превышать 10 % относительно заданной концентрации. Приготовленную пробу перемешивают и вводят в испаритель хроматографа. Анализ продукта проводят в условиях, указанных в 5.2.2.2 настоящего стандарта.

Типовая хроматограмма технического трихлорэтилена приведена на рисунке 1.



1 — воздух, *2* — винилиденхлорид; *3* — *транс*-дихлорэтилен; *4* — *цис*-дихлорэтилен + 1,1,1-трихлорэтан + хлороформ; *5* — трихлорэтилен; *6* — перхлорэтилен + 1,1,2-трихлорэтан; *7* — *н*-декан; *8* — 1,1,1,2-тетрахлорэтан + 1,1,2,2-тетрахлорэтан; *9* — пентахлорэтан; *10* — гексахлорэтан

Рисунок 1 — Типовая хроматограмма технического трихлорэтилена

5.2.2.1—5.2.3 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.2.4 Обработка результатов

Массовые доли винилиденхлорида и других органических примесей X_i, %, вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i S_i m_{эт} 100}{S_{эт} m}, \quad (3)$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм^2;

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

$S_{эт}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм^2;

m — масса трихлорэтилена, взятая для анализа, г.

Массовую долю трихлорэтилена X, %, вычисляют по формуле

$$X = 100 - (\Sigma X_i + X_3), \quad (4)$$

где ΣX_i — сумма массовых долей органических примесей в трихлорэтилене, %;

X_3 — массовая доля воды, определяемая по 5.6, %.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,001 % — при определении винилиденхлорида; при определении суммы органических примесей — 0,03 % для продукта высшего сорта и 0,15 % для продукта первого сорта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа при определении винилиденхлорида ± 0,0014 %, трихлорэтилена ± 0,02 % и ± 0,17 % для продуктов высшего и первого сортов соответственно при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.3 Определение плотности трихлорэтилена при 20 °С

Плотность трихлорэтилена определяют по ГОСТ 18995.1. При разногласиях в оценке определение проводят с помощью пикнометра.

5.4 Определение цвета в единицах Хазена

Цвет в единицах Хазена определяют визуально или фотометрически по ГОСТ 29131.

При визуальном определении допускается использовать цилиндры для ареометров по ГОСТ 18481 исполнения 1 или 3 диаметром (31 ± 1) мм.

Фотометрическое определение проводят на фотоэлектроколориметре КФК-2 или спектрофотометре любого типа при длине волны 400 нм и толщине поглощающего свет слоя 50 или 100 мм.

Проверку правильности приготовления основного раствора платино-кобальтовой шкалы 500 ед. Хазена проводят по поглощению света в интервале длин волн от 430 до 510 нм на спектрофотометре и 440, 490 нм на фотоэлектроколориметре. Поглощение этого раствора, измеренное в кюветах толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, должно соответствовать значениям, указанным в таблице 2.

Таблица 2

Спектрофотометр		Фотоэлектроколориметр	
Длина волны, нм	Поглощение	Длина волны, нм	Поглощение
430	От 0,110 до 0,120	440	От 0,12 до 0,14
455	» 0,130 » 0,145	490	» 0,10 » 0,12
480	» 0,105 » 0,120		
510	» 0,055 » 0,065		

При разногласиях в оценке цвета определение проводят фотометрическим методом, используя кювету толщиной поглощающего свет слоя 100 мм.

5.3, 5.4 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.5 Определение массовой доли нелетучего остатка

Массовую долю нелетучего остатка определяют по ГОСТ 29172.

При этом анализируемую пробу объемом 300 см^3 отмеривают цилиндром вместимостью 500 см^3 (ГОСТ 1770) и упаривают в платиновой или кварцевой чашке на кипящей водяной бане.

Массовую долю нелетучего остатка X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m\,100}{V\rho}, \qquad (5)$$

где m — масса остатка после выпаривания, г;

V — объем пробы трихлорэтилена, см^3;

ρ — плотность трихлорэтилена, определенная по 5.3, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0001 % — для продукта высшего сорта, 0,0003 % — для продукта первого сорта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения ± 0,0002 % — для продукта высшего сорта, ± 0,0003 % — для продукта первого сорта при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

5.6 Определение массовой доли воды

Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870 с реактивом Фишера или по ГОСТ 24614. При разногласиях в оценке массовой доли воды определение проводят по ГОСТ 14870 с электрометрическим титрованием.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.7 Определение pH водной вытяжки

5.7.1 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.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты. pH воды доводят раствором гидроокиси натрия до 7,0—7,2 (контроль по иономеру или pH-метру).

Цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 25 или 50 см^3.

Секундомер.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.7.2 Проведение анализа

20 см^3 трихлорэтилена и 20 см^3 воды отбирают цилиндром, помещают в делительную воронку и интенсивно перемешивают в течение 3 мин.

После расслаивания отделяют водную вытяжку в стакан и измеряют pH в соответствии с инструкцией к прибору.

5.7.3 Обработка результатов

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

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

5.8 Определение массовой доли хлор-иона

Массовую долю хлор-иона определяют по ГОСТ 10671.7 фототурбидиметрическим методом (способ 2) со следующими дополнениями: 40 см^3 трихлорэтилена и 40 см^3 воды помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3 (по ГОСТ 25336) и сильно встряхивают в течение 3 мин. Затем дают отстояться в течение 20 мин.

Водный слой переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (ГОСТ 1770) и определяют массовую долю хлор-иона фототурбидиметрическим методом.

Допускается определение проводить визуально-нефелометрическим методом по ГОСТ 10671.7 (способ 2), используя такую же водную вытяжку.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать: для продукта высшего сорта — 0,06 мг; для продукта первого сорта — 0,18 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлор-иона анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

5.9 Проба на фосген

5.9.1 Аппаратура и реактивы

Бензидин.

Пробирки по ГОСТ 25336 вместимостью 20 или 25 см^3.

Цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 25 или 50 см^3.

5.9.2 Проведение анализа

В две пробирки помещают по 20 см^3 трихлорэтилена, в одну из них прибавляют несколько кристаллов бензидина, перемешивают и выдерживают в течение суток в темном месте.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 24 ч трихлорэтилен с бензидином не помутнеет по сравнению с трихлорэтиленом без бензидина.

Чувствительность методики — менее 0,0001 %.

6 Транспортирование и хранение

6.1 Технический трихлорэтилен транспортируют в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в бочках, а также наливом в железнодорожных и автомобильных цистернах в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

6.2 Технический трихлорэтилен транспортируют в собственных цистернах грузоотправителя (грузополучателя) с котлами из коррозионно-стойкой стали. Допускается продукт первого сорта транспортировать в цистернах с оцинкованной внутренней поверхностью котлов или с котлами из углеродистой стали.

Наливные люки железнодорожных и автомобильных цистерн должны быть уплотнены прокладками из фторопласта-4 или другого прокладочного материала, стойкого к продукту.

6.3 Технический трихлорэтилен в бочках вместимостью 100 дм^3 транспортируют в пакетированном виде в соответствии с требованиями ГОСТ 24597 и ГОСТ 26663 на деревянных поддонах по ГОСТ 9557.

6.4 Технический трихлорэтилен хранят в емкостях из коррозионно-стойкой стали, освинцованных емкостях или футерованных диабазовой плиткой, защищенных от воздействия прямых солнечных лучей.

Трихлорэтилен в бочках хранят в крытых складских помещениях.

7 Гарантии изготовителя

7.1 Изготовитель гарантирует соответствие трихлорэтилена требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

7.2 Гарантийный срок хранения трихлорэтилена — три месяца со дня изготовления.

УДК 661.723.63:006.354 МКС 71.080.20 Л21 ОКП 24 1226 0000

Ключевые слова: трихлорэтилен, винилиденхлорид, нелетучий остаток

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 23.03.2004. Подписано в печать 13.04.2004. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,40.
Тираж 170 экз. С 1752. Зак. 425.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru