МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
10136—
2019**

ДИЭТИЛЕНГЛИКОЛЬ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации, материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 24 мая 2019 г. № 119-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 сентября 2019 г. № 638-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10136—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 мая 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10136—77

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 2
4 Требования безопасности 4
5 Требования охраны окружающей среды 4
6 Правила приемки 5
7 Методы испытаний 5
7.1 Отбор проб 5
7.2 Общие указания 5
7.3 Определение плотности 6
7.4 Определение цвета в единицах Хазена 6
7.5 Определение массовой доли органических примесей и диэтиленгликоля 6
7.6 Определение массовой доли воды 11
7.7 Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту 11
7.8 Определение числа омыления 12
7.9 Определение температурных пределов перегонки 13
8 Транспортирование и хранение 13
9 Гарантии изготовителя 13
Библиография 14

71 ХИМИЧЕСКАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ

МКС 71.080.60

Поправка к ГОСТ 10136—2019 Диэтиленгликоль. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Стр. 2, сноска — **	** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2018 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».	** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

(ИУС № 12 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ДИЭТИЛЕНГЛИКОЛЬ

Технические условия

Diethylene glycol. Specifications

Дата введения — 2020—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к диэтиленгликолю, предназначенному для применения в промышленности органического синтеза в качестве экстрагента ароматических углеводородов для осушки природного газа и в других отраслях промышленности.

Диэтиленгликоль — бесцветная или светло-желтая прозрачная жидкость.

Формула $C_4H_{10}O_3$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 2011 г.) — 106,12.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 17.2.3.02—2014 Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2517—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

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

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8751—72 Реактивы. Спирт бензиловый. Технические условия

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

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

Издание официальное

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 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 18677—73 Пломбы. Конструкция и размеры

ГОСТ 18995.7—73 Продукты химические органические. Метод определения температурных пределов перегонки

ГОСТ 19710—2019 Этиленгликоль. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 21029—75 Бочки алюминиевые для химических продуктов. Технические условия

ГОСТ 21140—88 Тара. Система размеров

ГОСТ 21650—76 Средства скрепления тарно-штучных грузов в транспортных пакетах. Общие требования

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования**

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

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

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

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 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31340—2013 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования

ГОСТ 33757—2016 Поддоны плоские деревянные. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

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

В зависимости от области применения диэтиленгликоль изготовляют двух марок: А и Б.

Диэтиленгликоль марки А применяют в промышленности органического синтеза, в производстве полиуретанов и для других целей, марки Б — для осушки природного газа и экстракции ароматических веществ.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2018 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

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

Таблица 1 — Технические требования

Наименование показателя	Норма для диэтиленгликоля марки		Метод испытаний
	А	Б	
1 Плотность при 20 °С, г/см^3	1,116—1,117		По 7.3 и ГОСТ 18995.1
2 Массовая доля диэтиленгликоля, %, не менее	99,5	98,0	По 7.5
3 Массовая доля органических примесей, %, не более; в том числе этиленгликоля, %, не более	0,40 0,15	1,8 1,0	По 7.5
4 Массовая доля воды, %, не более	0,05	0,2	По 7.6 и ГОСТ 14870
5 Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту, %, не более	0,005	0,01	По 7.7
6 Число омыления, мг КОН на 1 г продукта, не более	0,10	0,3	По 7.8
7 Цвет, единицы Хазена, не более	10	20	По ГОСТ 29131
8 Температурные пределы перегонки при давлении 101,3 кПа (760 мм рт. ст.): начало перегонки, °С, не ниже конец перегонки, °С, не выше	 244 249	 241 250	По 7.9 и ГОСТ 18995.7
Примечание — Цвет, массовую долю кислот, число омыления и температурные пределы перегонки определяют по требованию потребителя.			

3.3 Маркировка

3.3.1 При маркировке должны быть соблюдены нормы законодательства, действующего в каждом из государств — участников Соглашения и устанавливающего порядок маркирования продукции информацией на государственном языке.

3.3.2 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с указанием манипуляционного знака «Герметичная упаковка», а также в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующем виде транспорта.

3.3.3 Диэтиленгликоль не подпадает под действие правил [1] и [2] и относится к неопасным грузам.

Маркировка, характеризующая упакованную продукцию, должна соответствовать требованиям законодательства страны-изготовителя, страны импортера и содержать:

- наименование продукта, марку;
- наименование страны изготовителя;
- наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак и юридический адрес;
- номер партии и дату изготовления;
- массу нетто;
- обозначение настоящего стандарта.

3.3.4 Маркировка упакованного диэтиленгликоля, предназначенного для экспорта, должна соответствовать требованиям договора (контракта), ГОСТ 14192, настоящего стандарта и правилам перевозки опасных грузов, действующих на соответствующем виде транспорта в международном грузовом сообщении.

3.3.5 Предупредительная маркировка — в соответствии с ГОСТ 31340.

3.4 Упаковка

3.4.1 Упаковка диэтиленгликоля должна соответствовать ГОСТ 26319.

3.4.2 Диэтиленгликоль упаковывают наливом в цистерны, железнодорожные контейнер-цистерны и танк-контейнеры, в алюминиевые бочки типа 1 вместимостью 110 и 275 дм^3 по ГОСТ 21029 или в бочки из коррозионно-стойкой стали вместимостью от 110 до 250 дм^3 по ГОСТ 26155.

По согласованию с потребителем диэтиленгликоль допускается заливать в стальные бочки вместимостью от 100 до 275 дм^3 по ГОСТ 6247 или типа 1 вместимостью 100, 200 дм^3 по ГОСТ 13950.

3.4.3 Бочки перед заполнением продуктом должны быть промыты и высушены.

3.4.4 Бочки должны быть герметично укупорены и опломбированы металлической пломбой по ГОСТ 18677.

4 Требования безопасности

4.1 Диэтиленгликоль — горючая вязкая гигроскопичная жидкость.

Температура вспышки в закрытом тигле 124 °С, в открытом тигле 143 °С; температура самовоспламенения 345 °С; температурные пределы распространения пламени: нижний 118 °С, верхний 170 °С; концентрационные пределы распространения пламени от 1,7 до 10,6 % об. по [3].

При производстве и применении диэтиленгликоля следует соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

4.2 Диэтиленгликоль токсичен: при попадании в организм вызывает острое отравление, действует на почки, печень. Предельно допустимая концентрация (ПДК) диэтиленгликоля в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 10 мг/м^3, 3-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007.

В связи с низкой упругостью паров диэтиленгликоль не представляет опасности острых ингаляционных отравлений.

4.3 Помещения, в которых проводят работы с диэтиленгликолем, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Оборудование должно быть герметичным.

4.4 Производственный персонал должен быть обеспечен спецодеждой согласно отраслевым нормам и средствами индивидуальной защиты (резиновыми перчатками и сапогами, защитными очками, фильтрующим противогазом).

4.5 При попадании продукта в организм человека через рот необходимо промыть желудок обильным количеством воды или насыщенным раствором питьевой соды и немедленно доставить в медико-санитарную часть.

4.6 При попадании диэтиленгликоля на пол или на оборудование, его необходимо смыть обильной струей воды.

4.7 При попадании диэтиленгликоля на кожу следует снять одежду и промыть облитые участки кожи теплой водой с мылом.

4.8 При загорании следует применять тонкораспыленную воду, пену и инертные газы.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 ПДК диэтиленгликоля в воде водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения — 1 мг/дм^3. Лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический, класс опасности — 3*.

5.2 ПДК диэтиленгликоля в воде водоемов рыбохозяйственного назначения — 0,05 мг/дм^3. Лимитирующий показатель вредности — токсикологический, класс опасности — 4*.

5.3 С целью охраны окружающей среды от загрязнений сточными водами, производства диэтиленгликоля должен быть организован производственный экологический контроль за соблюдением установленных нормативов предельно допустимой концентрации загрязняющих веществ в сточных водах.

Установление нормативов предельно допустимой концентрации загрязняющих веществ в сточных водах и контроль за их соблюдением осуществляются в порядке, установленном нормативно-правовыми актами страны-изготовителя.

5.4 ПДК паров диэтиленгликоля в атмосферном воздухе населенных мест — 0,2 мг/м^3. Лимитирующий показатель вредности — резорбтивный, класс опасности—4*.

---

* В Российской Федерации действуют ГН 2.2.5.3532-18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»; ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования»; «Нормативы качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения». Утверждены Приказом Минсельхоза России от 13 декабря 2016 г. № 552; ГН 2.1.6.3492-17 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе городских и сельских поселений»; СанПиН 2.1.7.1322 03 «Гигиенические требования к размещению и обезвреживанию отходов производства и потребления»; «Правила перевозок грузов автомобильным транспортом», утверждены Постановлением Правительства Российской Федерации от 15 апреля 2011 г. № 272.

5.5 С целью охраны атмосферного воздуха от загрязнений выбросами вредных веществ должен быть организован контроль за соблюдением нормативов выбросов загрязняющих веществ в атмосферный воздух.

Правила установления допустимых выбросов в атмосферу и контроль за их соблюдением — по ГОСТ 17.2.3.02.

5.6 Размещение, хранение и обезвреживание отходов, образующихся в процессе производства, при очистке оборудования, транспортных средств, осуществляют в порядке, установленном нормативно-правовыми актами в области обращения с отходами производства и потребления*.

6 Правила приемки

6.1 Диэтиленгликоль принимают партиями. За партию принимают любое количество диэтиленгликоля, однородного по своим качественным показателям, но не более 300 т, сопровождаемого одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта и его марку;

номер партии и дату изготовления;

номера цистерн, входящих в партию;

массу нетто и брутто;

количество грузовых мест в партии;

результаты проведенных испытаний и/или документ о подтверждении соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта.

6.2 Для проверки соответствия качества диэтиленгликоля требованиям настоящего стандарта отбирают 10 % единиц продукции, но не менее трех единиц продукции, если партия состоит менее чем из 30 единиц. Изготовителю допускается отбирать пробы из емкости-хранилища товарного продукта.

6.3 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытаний по всем показателям на удвоенной выборке бочек и цистерн, взятых от той же партии, или вновь отобранной пробе из хранилища. Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

7 Методы испытаний

7.1 Отбор проб

Точечные пробы для испытаний отбирают по ГОСТ 2517.

При этом точечную пробу из железнодорожной или автомобильной цистерны отбирают переносным пробоотборником с уровня, расположенного на высоте 0,33 диаметра цистерны от нижней внутренней образующей.

Пробу из хранилища отбирают с любого уровня (нижнего, среднего, верхнего). Перед отбором пробы продукт в хранилище перемешивают.

Точечные пробы, отобранные из бочек, соединяют, перемешивают и объединенную пробу помещают в стеклянную емкость с пришлифованной пробкой или с завинчивающейся крышкой.

На стеклянную емкость с объединенной пробой из бочек или точечной пробы из цистерн наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, его марки, обозначения настоящего стандарта, номера партии, даты отбора пробы, фамилии лица, отобравшего пробу.

Объем пробы для испытаний должен быть не менее 1 $дм^3$.

7.2 Общие указания

Общие указания по проведению испытаний — по ГОСТ 27025.

---

* В Российской Федерации действуют ГН 2.2.5.3532-18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»; ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования»; «Нормативы качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения». Утверждены Приказом Минсельхоза России от 13 декабря 2016 г. № 552; ГН 2.1.6.3492-17 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе городских и сельских поселений»; СанПиН 2.1.7.1322 03 «Гигиенические требования к размещению и обезвреживанию отходов производства и потребления»; «Правила перевозок грузов автомобильным транспортом», утверждены Постановлением Правительства Российской Федерации от 15 апреля 2011 г. № 272.

Допускается применять другие средства измерений и оборудование, метрологические и технические характеристики которых не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

Результаты испытаний округляют с точностью до того десятичного знака, который приведен в таблице 1.

7.3 Определение плотности

Плотность диэтиленгликоля определяют по ГОСТ 18995.7 с помощью ареометра или пикнометра. При разногласиях в оценке качества определение плотности проводят с помощью пикнометра.

7.4 Определение цвета в единицах Хазена

Цвет диэтиленгликоля в единицах Хазена определяют по ГОСТ 29131 (платно-кобальтовая шкала).

7.5 Определение массовой доли органических примесей и диэтиленгликоля

Массовую долю диэтиленгликоля и органических примесей определяют методом газожидкостной хроматографии в изотермическом режиме с использованием насадочной колонки I или колонки II и пламенно-ионизационного детектора. При определении в качестве внутреннего эталона используют дециловый спирт (колонка I) и бензиловый спирт (колонка II). Допускается проводить определение на капиллярных колонках VERTICAL VertiBond-1 с использованием вышеуказанных внутренних эталонов.

7.5.1 Аппаратура, реактивы

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка газохроматографическая насадочная стальная или стеклянная длиной 1 м внутренним диаметром 3 мм.

Программно-аппаратный комплекс любого типа.

Весы лабораторные классов точности II и III по ГОСТ 24104 с наибольшими пределами взвешивания 310 и 610 г соответственно.

Микрошприц вместимостью 10 мм^3.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в интервале от 40 °С до 60 °С.

Цилиндр по ГОСТ 1770.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336 типа СВ или виалы вместимостью от 5 до 10 см^3.

Стакан по ГОСТ 25336 типа В вместимостью 50 и 100 см^3.

Воронка типа ВФ или ВФО по ГОСТ 25336.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147 № 4 или 5.

Хроматон N-AW или инертон AW, или инертон «Супер» с частицами размером от 0,16 до 0,20 мм или от 0,25 до 0,31 мм.

Полисорб-1 с частицами размером от 0,25 до 0,50 мм.

Сито с номерами сеток 016, 025 и 05 по ГОСТ 6613.

Полиэтиленгликоль с молекулярной массой 20000 (ПЭГ 20М).

Стекловолокно или стекловата.

Гелий газообразный.

Азот газообразный технический по ГОСТ 9293.

Водород технический марок А или Б по ГОСТ 3022 или водород от генератора водорода.

Воздух сжатый по ГОСТ 17433 для питания контрольно-измерительных приборов

Хлороформ очищенный по ГОСТ 20015.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Спирт бензиловый квалификации ч. по ГОСТ 8751.

Спирт дециловый квалификации ч.

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

Этиленгликоль высшего сорта по ГОСТ 19710.

Диэтиленгликоль марки А.

Триэтиленгликоль с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Ацетон по ГОСТ 2603.

7.5.2 Подготовка к испытанию

7.5.2.1 Подготовка насадки и заполнение колонок

Полисорб-1 просеивают, отбирают фракцию от 0,25 до 0,50 мм, переносят ее на воронку типа ВФ или ВФО, промывают ацетоном, затем спиртом, взятыми в 3—5-кратном объеме от объема полисор-

ба-1. Для удаления остатков ацетона и спирта воронку подсоединяют к водоструйному насосу. Затем полисорб-1 высыпают из воронки тонким слоем на фильтровальную бумагу и выдерживают в вытяжном шкафу при температуре окружающей среды до сыпучего состояния. Насадку готовят следующим образом: взвешивают полисорб (хроматон или инертон), затем взвешивают полиэтиленгликоль 20000 в количестве 5 % от массы полисорба-1 (насадка I) или 5 % от массы хроматона N-AW (или инертона AW, или инертона «Супер») (насадка II). Результаты взвешивания записывают в граммах с точностью до второго десятичного знака. Полиэтиленгликоль растворяют в хлороформе, объем которого достаточен для полного смачивания полисорба (хроматона или инертона) полученным раствором. Приготовленный раствор при непрерывном перемешивании приливают к полисорбу (хроматону или инертону), помещенному в выпарительную чашку. Затем выпарительную чашку помещают в вытяжной шкаф на водяную баню, нагретую до температуры (50 ± 5) °С, и выпаривают хлороформ при постоянном перемешивании содержимого чашки. Хроматографическую колонку последовательно промывают водой, ацетоном и сушат в токе воздуха при температуре окружающей среды. Затем в колонку небольшими порциями вносят приготовленную насадку, уплотняют ее постукиванием или с помощью вибратора с применением вакуумирования (подсоединив противоположный от ввода насадки конец колонки с размещенным в нем тампоном из стекловолокна или стекловаты к водоструйному или вакуумному насосу). После заполнения колонки второй конец закрывают тампоном из стекловолокна или стекловаты. Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают от 8 до 10 ч гелием (азотом), постепенно повышая температуру до 200 °С, и выдерживают при этой температуре от 18 до 20 ч. Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией изготовителя.

7.5.2.2 Режим градуировки и работы хроматографа приведен в таблице 2.

Таблица 2 — Режим градуировки и работы хроматографа

Параметр	Насадка I	Насадка II
Объемный расход гелия (азота), $см^3$/мин	30—50	30—50
Соотношение объемных расходов гелия (азота) и водорода	1:1	1:1
Соотношение объемных расходов гелия (азота) и воздуха	1:10	1:10
Температура термостата колонок, °С	200	160—170
Температура испарителя, °С	290	290—300
Температура детектора, °С	290	290
Объем вводимой пробы, $мм^3$	1	1

Типовые хроматограммы органических примесей и диэтиленгликоля при использовании насадок I и II приведены на рисунках 1 и 2 соответственно.

Типовая хроматограмма при работе на капиллярной колонке VERTICAL VertiBond-1 приведена на рисунке 3.

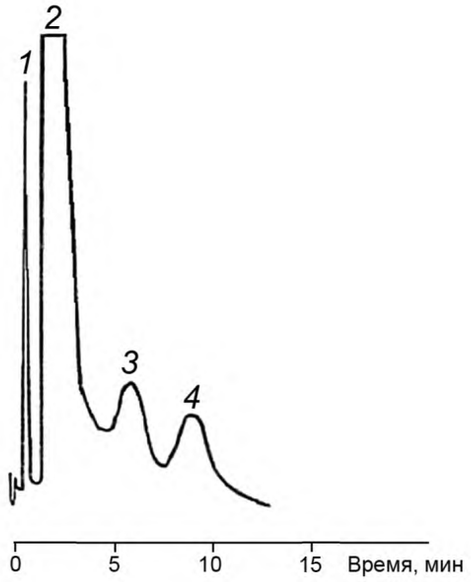
При разногласиях в оценке массовой доли органических примесей и массовой доли этиленгликоля анализ проводят с использованием насадки I.

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

7.5.2.3 Градуировка хроматографа

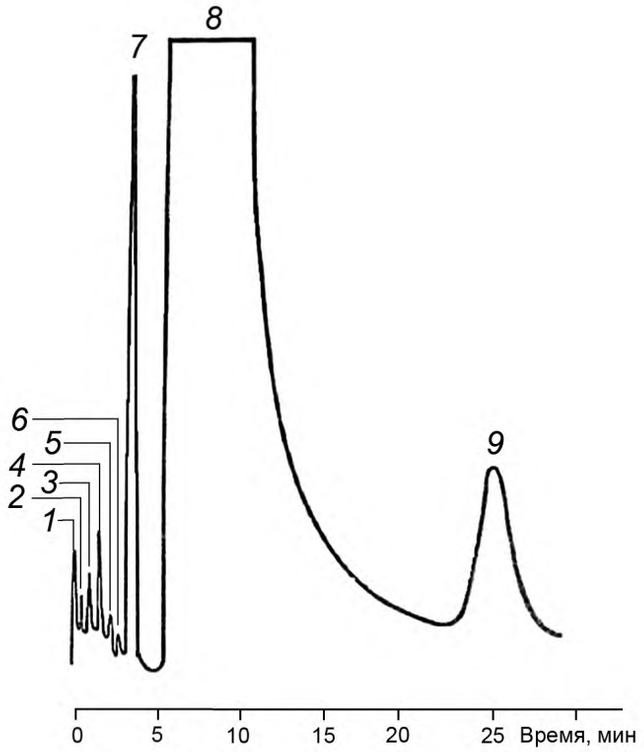
Массовую долю органических примесей и этиленгликоля определяют методом внутреннего эталона с учетом градуировочных коэффициентов. В качестве внутреннего эталона используют децило вый спирт при применении насадки I и бензиловый спирт при применении насадки II.

Градуировку хроматографа осуществляют по искусственным смесям.



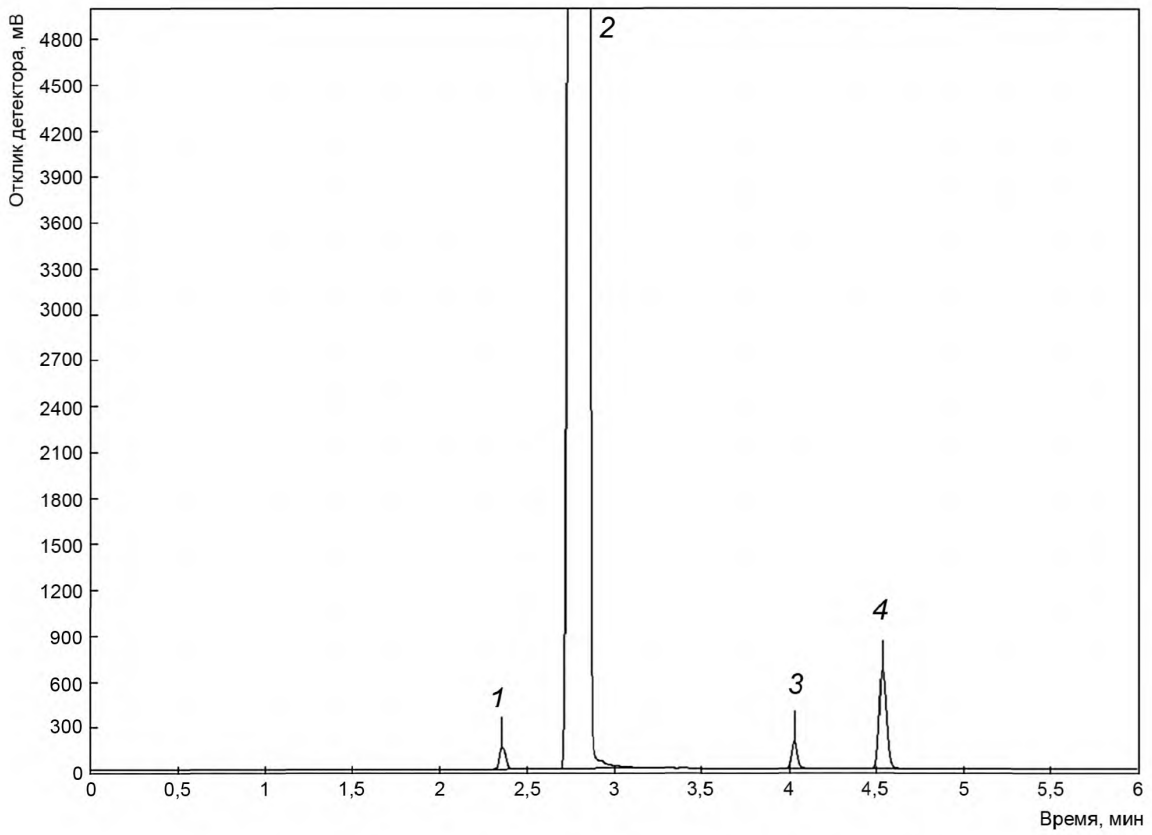
1 — этиленгликоль; *2* — диэтиленгликоль; *3* — децило вый спирт; *4* — триэтиленгликоль

Рисунок 1 — Типовая хроматограмма органических примесей в диэтиленгликоле на колонке с насадкой I



1, 2, 3, 5, 6 — неидентифицированные примеси; *4* — этиленгликоль; *7* — бензиловый спирт; *8* — диэтиленгликоль; *9* — триэтиленгликоль

Рисунок 2 — Типовая хроматограмма органических примесей в диэтиленгликоле на колонке с насадкой II



1 — этиленгликоль; *2* — диэтиленгликоль; *3* — триэтиленгликоль; *4* — децило вый спирт

Рисунок 3 — Хроматограмма пробы товарного диэтиленгликоля на капиллярной колонке VERTICAL VertiBond-1

Искусственные смеси готовят следующим образом: в стаканчик для взвешивания помещают анализируемую примесь (этиленгликоль, триэтиленгликоль), внутренний эталон, диэтиленгликоль. Массовая доля анализируемых примесей и внутреннего эталона должна составлять от 0,05 % до 1,0 % от массы диэтиленгликоля, взятого в количестве от 4 до 5 г. Соотношение суммы анализируемых примесей и внутреннего эталона 1:1. Результаты всех взвешиваний записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака. Для каждой концентрации анализируемой примеси готовят смесь с погрешностью не более 10 % от заданного значения при доверительной вероятности P = 0,95. Приготовленную смесь тщательно перемешивают, отбирают микрошприцем необходимый объем анализируемого продукта и вводят в испаритель хроматографа. Среднеарифметическое значение градуировочного коэффициента для каждого компонента определяют по результатам трех-четырех параллельных определений для трех смесей. Для определения наличия примесей в исходном диэтиленгликоле, используемом для приготовления искусственной смеси, в испаритель хроматографа не менее двух раз вводят пробу диэтиленгликоля того же объема.

Площади пиков определяют с помощью системы сбора и обработки информации.

Градуировочный коэффициент K_i вычисляют по формуле

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

где m_i — масса навески анализируемой примеси, г;

$S_{эт}$ — площадь пика внутреннего эталона, мВ·мин;

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

S_i — площадь пика анализируемой пробы, определяемая как разность площадей сигналов анализируемой примеси в искусственной смеси и в исходном диэтиленгликоле, мВ · мин.

За градуировочный коэффициент для каждой примеси принимают среднеарифметическое значение результатов всех определений, вычисленных с точностью до второго десятичного знака.

Градуировку хроматографа и кондиционирование колонок проводят после 400 определений, а также при смене колонки, изменении условий хроматографического определения, после ремонта хроматографа. Градуировочный коэффициент для неидентифицированной примеси в диэтиленгликоле принимают равным градуировочному коэффициенту этиленгликоля.

7.5.3 Проведение измерений

Взвешивают в стаканчике для взвешивания от 4 до 5 г диэтиленгликоля и добавляют внутренний эталон от 0,05 % до 1,0 % от массы анализируемого продукта. Результаты взвешиваний записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака. Смесь тщательно перемешивают, отбирают микрошприцем необходимое количество анализируемого продукта и вводят в испаритель хроматографа. Смесь вводят не менее двух раз.

7.5.4 Обработка результатов

Массовую долю примеси X_i, %, вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot m_{эт} \cdot S_i \cdot 100}{m \cdot S_{эт}}, \quad (2)$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

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

S_i — площадь пика определяемой примеси, мВ · мин;

m — масса навески диэтиленгликоля, г;

$S_{эт}$ — площадь пика внутреннего эталона, мВ · мин.

Массовую долю суммы органических примесей вычисляют суммированием измеренных массовых долей каждой примеси.

При соблюдении условий проведения измерений в соответствии с настоящим стандартом прецизионность определения этиленгликоля не превышает значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3 — Прецизионность определения этиленгликоля

Диапазон определения массовой доли этиленгликоля, % масс.	Граница абсолютной погрешности (при P = 0,95) ±Δ, % масс.	Предел повторяемости (при P = 0,95) r, % масс.	Предел воспроизводимости (при P = 0,95) R, % масс.
От 0,010 до 0,030 включ.	0,004	0,005	0,006
Св. 0,03 » 0,05 »	0,01	0,006	0,01
» 0,05 » 0,08 »	0,02	0,01	0,03
» 0,08 » 0,10 »	0,03	0,02	0,04
» 0,10 » 0,15 »	0,04	0,03	0,05
» 0,15 » 0,30 »	0,06	0,04	0,07
» 0,30 » 0,50 »	0,08	0,08	0,10
» 0,5 » 0,8 »	0,2	0,1	0,3
» 0,8 » 1,0 »	0,2	0,2	0,3

При соблюдении условий настоящего стандарта прецизионность определения массовой доли органических примесей не превышает значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 — Прецизионность определения массовой доли органических примесей

Диапазон определения массовой доли органических примесей, % масс.	Граница абсолютной погрешности (при P = 0,95) ± Δ, % масс.	Предел повторяемости (при P = 0,95) r, % масс.	Предел воспроизводимости (при P = 0,95) R, % масс.
От 0,020 до 0,050 включ.	0,012	0,016	0,017
Св. 0,05 » 0,20 »	0,03	0,04	0,04
» 0,20 » 0,40 »	0,06	0,04	0,07
» 0,40 » 0,60 »	0,09	0,08	0,10
» 0,6 » 0,8 »	0,2	0,1	0,3
» 0,8 » 1,8 »	0,2	0,2	0,3

Массовую долю диэтиленгликоля X, %, вычисляют по формуле

$$X = 100 - \Sigma X_i - X_в, \quad (3)$$

где ΣX_i — сумма массовых долей примесей, определенных хроматографически, % масс.;

$X_в$ — массовая доля воды, определенная по 7.6, % масс.

7.6 Определение массовой доли воды

Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870 реактивом Фишера визуальным или электрометрическим титрованием. При титровании используют бюретки вместимостью 3 или 10 см^3 по ГОСТ 29251.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,005 % масс. Для продукта марки А и 0,02 % масс. для продукта марки Б.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата испытания ±0,005 % масс. для продукта марки А и ±0,02 % масс. для марки продукта Б при доверительной вероятности P = 0,95. При возникновении разногласий в оценке качества продукта массовую долю воды определяют электрометрическим методом.

7.7 Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

7.7.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные класса точности III по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 610 г.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Секундомер.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 50.

Бюретка 1-1-2-2-0,01 или 1-1-2-5-0,1 по ГОСТ 29251.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с молярной концентрацией c (NaOH) = 0,05 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

7.7.2 Проведение испытаний

В конической колбе взвешивают от 49,50 до 50,50 г анализируемого продукта, записывают результат взвешивания в граммах с точностью до второго десятичного знака, добавляют 50 см^3 воды, не содержащей диоксида углерода. Содержимое колбы перемешивают, затем прибавляют 8—10 капель раствора фенолфталеина, снова перемешивают, после чего титруют раствором гидроокиси натрия до появления розового окрашивания, устойчивого в течение 30 с.

В тех же условиях проводят контрольное титрование с 50 см^3 дистиллированной воды.

7.7.3 Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту $X_к$, %, вычисляют по формуле

$$X_к = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}003 \cdot 100}{m}, \quad (4)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,05 моль/дм^3, израсходованный на контрольное титрование, см^3;

0,003 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией точно 0,05 моль/дм^3, г/см^3;

m — масса навески, г.

При соблюдении условий проведения испытаний в соответствии с настоящим стандартом прецизионность определения массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту не превышает значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 — Прецизионность определения массовой доли кислот

Диапазон определения массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту, % масс.	Граница абсолютной погрешности (при P = 0,95) ±Δ, % масс.	Предел повторяемости (при P = 0,95) r, % масс.	Предел воспроизводимости (при P = 0,95) R, % масс.
От 0,0010 до 0,0050 включ.	0,0004	0,0005	0,0006
Св. 0,005 до 0,010 включ.	0,001	0,002	0,002

7.8 Определение числа омыления

7.8.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные класса точности III по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 610 г.

Секундомер.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 25 или 50 см^3, 100 см^3.

Бюретка 1-1-2-50-0,2 по ГОСТ 29251.

Пипетка 2-2-25 или 3-2-25 по ГОСТ 29169.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, спиртовой раствор с молярной концентрацией c(КОН) = = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.3.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией c (1/2H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

Известь натронная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.8.2 Проведение испытаний

Навеску от 99,50 до 100,50 г анализируемого продукта марки А или от 49,50 до 50,50 г продукта марки Б взвешивают в конической колбе, результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака. В колбу добавляют 25 см^3 раствора гидроокиси калия. Колбу с содержимым присоединяют к холодильнику, снабженному трубкой с натронной известью (если нагревание проводят вне вытяжного шкафа), и нагревают 1 ч на кипящей водяной бане. Затем охлаждают колбу с содержимым до температуры окружающей среды, промывают холодильник через верх от 10 до 20 см^3 дистиллированной воды. Удаляют холодильник, добавляют в колбу от трех до пяти капель раствора фенолфталеина и титруют раствором серной кислоты до обесцвечивания.

В тех же условиях проводят контрольное титрование с 50 см^3 дистиллированной воды.

7.8.3 Обработка результатов

Число омыления X_1, мг гидроокиси калия на 1 г диэтиленгликоля, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 5{,}6}{m}, \qquad (5)$$

где V — объем раствора серной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на контрольное титрование, см^3;

V_1 — объем раствора серной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

5,6 — масса калия гидроокиси, соответствующая 1 см^3 спиртового раствора гидроокиси калия с молярной концентрацией точно 0,1 моль/дм^3, мг;

m — масса навески диэтиленгликоля, г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не превышают 0,01 мг гидроокиси калия на 1 г диэтиленгликоля при доверительной вероятности P = 0,95.

При соблюдении условий проведения испытаний по настоящему стандарту прецизионность определения числа омыления не превышает значений, приведенных в таблице 6.

Таблица 6 — Прецизионность определения числа омыления

Диапазон определения числа омыления, мг КОН на 1 г продукта	Граница абсолютной погрешности (при P = 0,95), мг КОН на 1 г продукта	Предел повторяемости (при P = 0,95) r, мг КОН на 1 г продукта	Предел воспроизводимости (при P = 0,95) R, мг КОН на 1 г продукта
От 0,010 до 0,100 включ.	0,006	0,007	0,008
Св. 0,10 до 0,30 включ.	0,03	0,04	0,04

7.9 Определение температурных пределов перегонки

Определение температурных пределов перегонки проводят по разделу 2 ГОСТ 18995.7. За температуру конца перегонки принимают значение температуры, при которой отгоняется 98 % по объему продукта для марки А и 96 % — для продукта марки Б.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата испытаний ±1 % при доверительной вероятности P = 0,95.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Диэтиленгликоль, упакованный в бочки, транспортируют в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта, а также наливом в железнодорожных и автомобильных цистернах в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

Железнодорожным транспортом диэтиленгликоль, упакованный в бочки, перевозят повагонно и мелкими отправками.

При транспортировании наливом — в железнодорожных и автомобильных цистернах изготовителя (потребителя) с котлами из алюминия или коррозионно-стойкой стали.

Допускается по согласованию с потребителем транспортировать диэтиленгликоль в специально выделенных железнодорожных цистернах с верхним сливом и цистернах изготовителя (потребителя) с котлами из углеродистой стали.

Наливные люки цистерн и горловины бочек закрывают крышками с герметизирующими прокладками и пломбируют.

Прокладки должны быть изготовлены из материала, стойкого к воздействию продукта.

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

8.2 Диэтиленгликоль в бочках вместимостью 100 дм^3 транспортируют в пакетированном виде в соответствии с ГОСТ 26663, ГОСТ 21140, ГОСТ 21650, ГОСТ 24597 на плоских деревянных поддонах по ГОСТ 33757.

8.3 Диэтиленгликоль хранят в герметичных емкостях из алюминия, коррозионно-стойкой стали или алюминированной стали.

Диэтиленгликоль в бочках хранят в крытых неотапливаемых складских помещениях. Не допускается хранить диэтиленгликоль марки А в бочках из углеродистой стали.

8.4 Бочки с диэтиленгликолем хранят вертикально. Высота штабеля бочек не должна превышать трех ярусов.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие диэтиленгликоля требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

9.2 Гарантийный срок хранения диэтиленгликоля — один год с даты изготовления.

Библиография

[1] Правила перевозки опасных грузов по железным дорогам. Утверждены Советом по железнодорожному транспорту государств — участников Содружества (протокол от 5 апреля 1996 г. № 15 с изменениями и дополнениями от 23 ноября 2007 г., 30 мая 2008 г., 22 мая 2009 г.; в ред. протоколов от 14 мая 2010 г., от 21 октября 2010 г., от 29 октября 2011 г., от 18 мая 2012 г., от 17 октября 2012 г., от 7 мая 2013 г., от 20 ноября 2013 г., от 7 мая 2014 г., от 22 октября 2014 г., от 21 мая 2015 г., от 5 ноября 2015 г., от 19 мая 2016 г., от 19 мая 2017 г.)

[2] Правила перевозки жидких грузов наливом в вагонах-цистернах и вагонах бункерного типа для перевозки нефтебитума. Утверждены Советом по железнодорожному транспорту государств — участников Содружества (протокол от 21—22 мая 2009 г. № 50)

[3] Пожаровзрывоопасность веществ и материалов и средства их тушения. Справ. изд. в 2 книгах; кн. 2. А.Н. Баратов, А.Я. Корольченко, Г.Н. Кравчук и др. — М.: Химия, 1990. — 496 с.

УДК 661.7.547.422.22:006.354 МКС 71.080.60 ОКП 24 2213

Ключевые слова: диэтиленгликоль, технические условия, требования безопасности, маркировка, упаковка, методы испытаний, транспортирование, хранение

БЗ 3—2019/17

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 09.09.2019. Подписано в печать 01.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru