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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
19710—
2019**

ЭТИЛЕНГЛИКОЛЬ

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 30 апреля 2019 г. № 118-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
Таджикистан	TG	Таджикстандарт
Туркмения	TM	Главная государственная служба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 сентября 2019 г. № 639-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19710—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 мая 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 19710—83

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 3
4 Требования безопасности 4
5 Требования охраны окружающей среды 5
6 Правила приемки 5
7 Методы испытаний 6
7.1 Отбор проб 6
7.2 Общие указания 6
7.3 Определение массовой доли этиленгликоля и диэтиленгликоля 6
7.4 Определение массовой доли воды 10
7.5 Определение массовой доли остатка после прокаливания 10
7.6 Определение массовой доли железа 10
7.7 Определение цвета в единицах Хазена 11
7.8 Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту 12
7.9 Определение показателя преломления 12
7.10 Определение пропускания в ультрафиолетовой области спектра 12
8 Транспортирование и хранение 13
9 Гарантии изготовителя 13
Библиография 14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЭТИЛЕНГЛИКОЛЬ

Технические условия

Ethylene glycol. Specifications

Дата введения — 2020—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к этиленгликолю, получаемому гидратацией окиси этилена, а также в качестве побочного продукта в синтезе диметилкарбоната из этиленкарбоната и метанола, предназначенному для производства синтетических волокон, смол, растворителей, низкозамерзающих и гидравлических жидкостей и других целей.

Этиленгликоль представляет собой прозрачную жидкость.

Формула: $HOCH_2CH_2OH$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 2011 г.) — 62,07.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 2768—84 Ацетон технический. 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 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 6563—2016 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 10555—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Колориметрические методы определения примеси железа

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 18995.2—73 Продукты химические жидкие. Метод определения показателя преломления

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие 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 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 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 27184—86 Реактивы. Определение остатка после прокаливания

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.

---

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

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

3 Технические требования

3.1 Этиленгликоль изготовляют в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

3.2 Характеристики

По физико-химическим показателям этиленгликоль должен соответствовать нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Физико-химические показатели этиленгликоля

Наименование показателя	Норма		Метод испытаний
	Высший сорт ОКП 24 2212 0120	1-й сорт ОКП 24 2212 0130	
1 Массовая доля этиленгликоля, %, не менее	99,8	98,5	По 7.3
2 Массовая доля диэтиленгликоля, %, не более	0,05	1,0	По 7.3
3 Массовая доля воды, %, не более	0,1	0,5	По 7.4 и ГОСТ 14870
4 Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более[1)]	0,001	0,002	По 7.5 и ГОСТ 27184
5 Массовая доля железа (Fe), %, не более[1)]	0,00001	0,0005	По 7.6 и ГОСТ 10555
6 Цвет в единицах Хазена, не более: - в обычном состоянии - после кипячения с соляной кислотой[2)]	 5 20	 20 Не нормируется	По 7.7 и ГОСТ 29131
7 Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту, %, не более	0,0006	0,005	По 7.8
8 Показатель преломления при 20 °С[3)]	1,431—1,432	1,430—1,432	По ГОСТ 18995.2
9 Пропускание в ультрафиолетовой области спектра, %, не менее, при длине волны, нм[4)]: 220 275 350	 75 95 99	 Не нормируется То же »	По 7.10

[1)] Массовую долю железа и массовую долю остатка после прокаливания изготовитель определяет периодически, не реже одного раза в квартал.

[2)] Цвет после кипячения с соляной кислотой определяют только для этиленгликоля, предназначенного для производства синтетических волокон и смол для пленок.

[3)] Показатель преломления изготовитель определяет по требованию потребителя.

[4)] Пропускание в ультрафиолетовой области спектра определяют только в этиленгликоле, предназначенном для экспорта, или 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 В соответствии с правилами [1] и [2] этиленгликоль не подпадает под их действие, относится к неопасным грузам.

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

- наименование продукта, марку, сорт;

- 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 Допускается по согласованию с потребителем не наносить номер партии и дату изготовления при условии указания их в документе о качестве. Способ нанесения маркировки — по ГОСТ 14192.

3.3.5 Маркировка упакованного этиленгликоля, предназначенного для экспорта, должна соответствовать требованиям договора (контракта), ГОСТ 14192 и настоящего стандарта.

3.3.6 Предупредительная маркировка — в соответствии с ГОСТ 31340.

3.4 Упаковка

3.4.1 Упаковка этиленгликоля должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

3.4.2 Этиленгликоль 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 этиленгликоль допускается заливать в стальные неоцинкованные бочки вместимостью от 100 до 275 дм^3 по ГОСТ 6274 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 Этиленгликоль обладает наркотическим действием. При попадании внутрь может вызвать хроническое отравление с поражением жизненно важных органов (воздействует на сосуды, почки, нервную систему). Этиленгликоль может проникать через кожные покровы.

4.2 Предельно допустимая концентрация (ПДК) этиленгликоля в воздухе рабочей зоны 5 мг/м^3. Этиленгликоль относится к третьему классу опасности (ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007). Из-за низкой упругости паров этиленгликоль не представляет опасности острых отравлений при вдыхании.

4.3 Этиленгликоль — горючая жидкость. Плотность при 20 °С — 1116 кг/м^3 по [3]. Плотность пара по воздуху — 2,14. Температура кипения — 197 °С. Температура вспышки — 111 °С. Температура самовоспламенения — 412 °С. Температурные пределы распространения пламени: нижний — 110 °С, верхний — 124 °С. Нижний концентрационный предел распространения пламени — 4,3 % (по объему) по [4].

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

4.5 Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой согласно отраслевым нормам и средствами индивидуальной защиты (резиновыми перчатками, защитными очками, фильтрующим противогазом).

4.6 При попадании продукта в организм человека через рот необходимо оказать доврачебную помощь — промыть желудок обильным количеством воды или насыщенным раствором питьевой соды и немедленно доставить в медсанчасть.

4.7 Этиленгликоль, пролитый на пол или оборудование, необходимо смыть обильной струей воды.

4.8 При попадании этиленгликоля на кожу следует снять одежду и обмыть облитые участки кожи теплой водой с мылом.

4.9 Все производственные помещения должны быть обеспечены средствами пожаротушения в соответствии с табелем, утвержденным в установленном порядке.

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

5 Требования охраны окружающей среды

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

5.2 ПДК этиленгликоля в воде водоемов рыбохозяйственного назначения — 0,25 мг/дм^3. Лимитирующий показатель вредности — санитарный, класс опасности — 4*.

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

Правила установления 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 ОБУВ паров этиленгликоля в атмосферном воздухе населенных мест — 1 мг/м^3. Класс опасности — 3*.

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, осуществляется в порядке, установленном нормативно-правовыми актами в области обращения с отходами производства и потребления*.

6 Правила приемки

6.1 Этиленгликоль принимают партиями. Партией считают любое количество продукта, однородного по показателям качества, но не более 800 т, сопровождаемое одним документом о качестве, содержащим следующие данные:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукта и его сорт;
- номер партии и дата изготовления;
- номера цистерн, входящих в партию;
- масса нетто и брутто;
- количество грузовых мест в партии;
- результаты проведенных испытаний и/или подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта;
- подпись лица, выдавшего документ о качестве, или запись о формировании документа в автоматической системе с указанием ФИО ответственного за испытания;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Для проверки качества этиленгликоля точечные пробы из бочек отбирают по ГОСТ 2517 или из каждой четвертой цистерны, контейнера-цистерны и танк-контейнера одной партии, но не менее чем из двух цистерн.

Допускается отбор проб из хранилища изготовителя.

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

---

* 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.

7 Методы испытаний

7.1 Отбор проб

Отбор точечных проб — по ГОСТ 2517.

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 навинчивающейся крышкой.

На стеклянную емкость с объединенной пробой из бочек или точечной пробой из цистерн наклеивают этикетку с указанием наименования продукта и 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.

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

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

7.3 Определение массовой доли этиленгликоля и диэтиленгликоля

Массовую долю этиленгликоля определяют по разности, вычитая из 100 % массовые доли воды, диэтиленгликоля, триэтиленгликоля и неидентифицированных примесей.

Массовую долю диэтиленгликоля и триэтиленгликоля определяют методом газовой хроматографии в изотермическом режиме с использованием насадочной колонки I или колонки II и пламенно-ионизационного детектора. Определение проводят с использованием в качестве внутреннего эталона нонанола-1 (колонка I) и бензилового спирта (колонка II). Допускается проводить определение на капиллярных колонках с применением вышеуказанных внутренних эталонов.

7.3.1 Аппаратура, реактивы

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка хроматографическая стальная или стеклянная длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм.

Весы лабораторные специального класса точности (I) или высокого класса точности (II) с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

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

Микрошприц вместимостью 10 $мм^3$ любого типа.

Стаканы В-1-50 ТХС и В-1-100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-50-1 и 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Воронка ВФО-40-ПОР-100 ХС или ВФО-60-ПОР-100 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ 19/9 или СВ 24/10 по ГОСТ 25336 или виалы вместимостью от 5 до 10 $см^3$.

Чашка выпарительная 4 или 5 по ГОСТ 9147.

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

Полисорб-1 с частицами размером от 0,250 до 0,315 мм или инертон супер с частицами размером от 0,16 до 0,20 или от 0,250 до 0,315 мм. Допускается применять другие твердые носители, обеспечивающие разделение и определение массовой доли примесей с погрешностью не более чем на указанных твердых носителях.

Стекловолокно или стекловата.

Полиэтиленгликоль с молекулярной массой 20000 (ПЭГ-20М).

Гелий газообразный марки А или азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293.

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

Воздух сжатый кл. 1 по ГОСТ 17433 для питания контрольно-измерительных приборов.

Хлороформ фармакопейный или очищенный высшего сорта по ГОСТ 20015.

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.
Ацетон по ГОСТ 2603 или ацетон технический по ГОСТ 2768.
Нонанол-1, ч.
Диэтиленгликоль марки А.
Триэтиленгликоль марки А.
Спирт бензиловый ч. д. а. по ГОСТ 8751.
Этиленгликоль высшего сорта.

7.3.2 Подготовка к анализу

7.3.2.1 Приготовление насадки и заполнение хроматографической колонки

Перед нанесением неподвижной фазы твердый носитель полисорб-1 или инертон супер отсеивают с помощью металлических сит и отбирают необходимую фракцию. Полисорб-1 переносят на воронку типа ВФО и последовательно промывают ацетоном и этиловым спиртом, взятыми в 3-5-кратном объеме от объема полисорба-1, затем сушат при температуре окружающей среды в вытяжном шкафу.

Насадку готовят следующим образом: взвешивают полиэтиленгликоль в количестве 3 % от массы полисорба-1 (насадка I) или 5 % от массы взвешенного адсорбента инертона супер (насадка II) и полисорба-1 (инертона супер). Результаты взвешиваний в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака. Полиэтиленгликоль растворяют в хлороформе, полученный раствор при непрерывном перемешивании приливают к полисорбу-1 (инертону супер), помещенному в выпарительную чашку. Количество раствора должно быть таким, чтобы твердый носитель был полностью смочен раствором. Выпарительную чашку помещают на водяную баню, нагретую до температуры от 40 °С до 60 °С и, непрерывно перемешивая содержимое чашки, испаряют растворитель до сыпучего состояния сорбента.

Хроматографические колонки промывают водой, ацетоном и сушат в токе воздуха при температуре окружающей среды, после этого колонку I из нержавеющей стали заполняют раствором ПЭГ-20М в ацетоне с массовой долей 0,5 %. Через 5 мин раствор сливают и колонку осторожно высушивают сжатым воздухом. Стеклянная колонка и стальная колонка II в такой обработке не нуждаются.

Затем в колонку вносят небольшими порциями насадку и уплотняют ее с помощью вибратора (или постукиванием) и водоструйного насоса, подсоединенного к противоположному от ввода насадки концу колонки с размещенным в нем тампоном из стекловолокна или стекловаты. Второй конец после заполнения колонки также закрывают стекловолокном или стекловатой. Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа, не присоединяя к детектору, и продувают ее газом-носителем в течение 8—10ч, постепенно повышая температуру от температуры окружающей среды до 200 °С, затем кондиционируют колонку в течение от 18 до 20 ч при температуре 200 °С.

Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией изготовителя прибора.

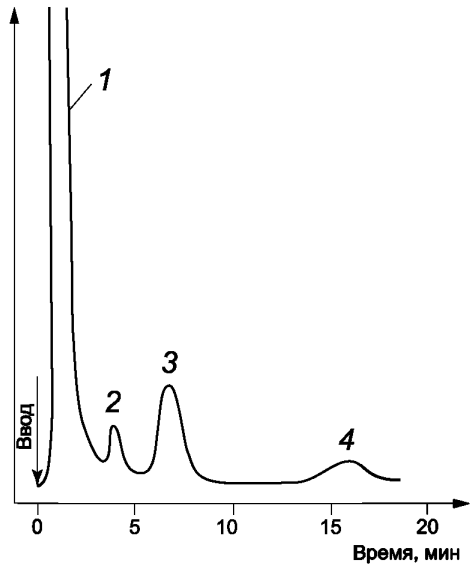
7.3.2.2 Режим градуировки и работы хроматографа

Хроматографический анализ и градуировку прибора проводят при следующих условиях:

Параметр	Колонка I	Колонка II
Объемный расход газа-носителя, $см^3$/мин	30—35	35
Соотношение объемных расходов газа-носителя и водорода	1:1	1:1
Соотношение объемных расходов газа-носителя и воздуха	1:10	1:10
Температура термостата колонок, °С	190—200	140
Температура испарителя, °С	270—290	270—290
Температура детектора, °С	250—270	250—270
Объем вводимой пробы, $мм^3$	1	1

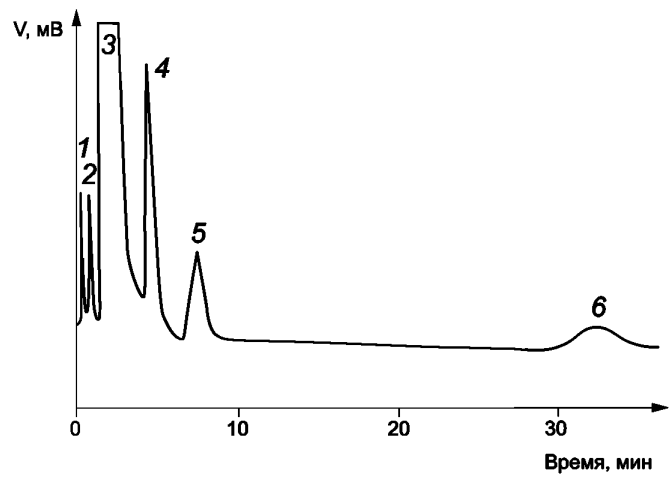
В зависимости от модели применяемого хроматографа и партии адсорбента в режим работы хроматографа могут быть внесены некоторые изменения с целью достижения полного хроматографического разделения примесей и определения их содержания с погрешностью, указанной в настоящем стандарте.

Типовые хроматограммы этиленгликоля на колонках I и II приведены на рисунках 1 и 2 соответственно. При разногласиях в оценке качества этиленгликоля проводят определение с использованием колонки I.



1 — этиленгликоль; *2* — диэтиленгликоль; *3* — нонанол-1 (внутренний эталон); *4* — триэтиленгликоль

Рисунок 1 — Типовая хроматограмма этиленгликоля на колонке I



1, 2 — неидентифицированные примеси; *3* — этиленгликоль; *4* — бензиловый спирт (внутренний эталон); *5* — диэтиленгликоль; *6* — триэтиленгликоль

Рисунок 2 — Типовая хроматограмма этиленгликоля на колонке II

7.3.3 Градуировка хроматографа

Массовую долю органических примесей в этиленгликоле определяют методом внутреннего эталона с учетом градуировочных коэффициентов. В качестве внутреннего эталона для колонки I используют нонанол-1, для колонки II — бензиловый спирт. Градуирование хроматографа осуществляют по трем — пяти градуировочным смесям, приготовленным гравиметрическим способом.

Площади пиков определяют с помощью системы сбора и обработки информации.

В стаканчик для взвешивания помещают последовательно этиленгликоль и внутренний эталон, взятый в количестве от 0,05 % до 0,20 % от массы этиленгликоля. Результаты взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Для проверки хроматографической чистоты этиленгликоля смесь тщательно перемешивают, промывают микрошприц смесью не менее двух раз, отбирают необходимый объем и вводят в испаритель хроматографа. Затем к этой смеси добавляют от 0,01 % до 1,0 % диэтиленгликоля и триэтиленгликоля (триэтиленгликоль добавляют при его наличии в товарном этиленгликоле).

Полученную градуировочную смесь тщательно перемешивают и хроматографируют не менее двух раз.

Относительная погрешность приготовления градуировочных смесей не должна превышать ±10 % для каждого компонента примеси и внутреннего эталона.

Градуировочный коэффициент K_i вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{эт2}}{m_{эт} \cdot S_i}, \quad (1)$$

где m_i — масса определяемого компонента, введенная в градуировочную смесь, г;

$S_{эт2}$ — площадь пика внутреннего эталона на хроматограмме градуировочной смеси, мВ · мин;

$m_{эт}$ — масса внутреннего эталона, введенная в градуировочную смесь, г;

S_i — площадь пика определяемого компонента, мВ · мин, вычисляемая по формуле

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

где S_{i2} — площадь пика определяемого компонента на хроматограмме исходного этиленгликоля, мВ · мин;

S_{i1} — площадь пика определяемого компонента на хроматограмме градуировочной смеси, мВ · мин;

$S_{эт2}$ — площади пика внутреннего эталона на хроматограмме исходного этиленгликоля, мВ · мин;

$S_{эт1}$ — площадь пика внутреннего эталона на хроматограмме градуировочной смеси, мВ · мин.

При работе на капиллярных колонках градуировочный коэффициент неидентифицированных примесей в этиленгликоле принимают равным градуировочному коэффициенту диэтиленгликоля.

При отсутствии определяемых компонентов примесей в этиленгликоле, используемом для приготовления градуировочных смесей, принимают значение $S_i = S_{i2}$.

Градуировочный коэффициент определяемой примеси определяют как среднеарифметическое значение результатов всех определений, вычисленных с точностью до второго десятичного знака. Градуировочный коэффициент неидентифицированных примесей принимают равным 1.

Градуировку и кондиционирование хроматографа проводят после проведения приблизительно 400 анализов, при смене колонки, изменении условий хроматографического определения, а также после ремонта хроматографа.

7.3.4 Проведение анализа

Взвешивают в стаканчике для взвешивания приблизительно 10 г этиленгликоля, добавляют к нему от 0,05 % масс. до 0,20 % масс. внутреннего эталона от массы анализируемого продукта. Результаты взвешиваний записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака. Смесь тщательно перемешивают, отбирают микрошприцем 1 мм^3 и вводят в испаритель хроматографа. Хроматографирование проводят не менее двух раз.

7.3.5 Обработка результатов

Массовую долю определяемой примеси X_i, %, вычисляют по формуле

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

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мВ · мин;

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

100 — коэффициент пересчета в проценты;

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

m — масса навески этиленгликоля, взятая для анализа, г.

При соблюдении условий проведения анализа по настоящему стандарту показатели прецизионности при определении массовой доли диэтиленгликля не должны превышать значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Прецизионность определения массовой доли диэтиленгликоля

Диапазон измерения массовой доли диэтиленгликоля, %	Граница абсолютной погрешности (при P = 0,95) ± Δ, %	Предел повторяемости (при P = 0,95) r, %	Предел воспроизводимости (при P = 0,95) R, %
От 0,005 до 0,050 включ.	0,002	0,002	0,003
Св. 0,05 до 1,00 включ.	0,02	0,02	0,03

Массовую долю этиленгликоля X, %, вычисляют по формуле

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

где ΣX_i — сумма массовых долей диэтиленгликоля, триэтиленгликоля, неидентифицированных примесей, %;

$X_в$ — массовая доля воды, определенная по 7.4, %.

7.4 Определение массовой доли воды

Определение массовой доли воды проводят по ГОСТ 14870 реактивом Фишера визуальным или электрометрическим титрованием.

При титровании используют бюретки исполнения 7 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 значение, равное 0,01 % для продукта высшего сорта и 0,05 % для продукта первого сорта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов определения не должна превышать ±0,01 % — для продукта высшего сорта и ±0,05 % — для продукта первого сорта при доверительной вероятности P = 0,95.

При разногласиях в оценке качества продукта массовую долю воды определяют электрометрическим титрованием.

7.5 Определение массовой доли остатка после прокаливания

Массовую долю остатка после прокаливания определяют по ГОСТ 27184 (пункт 2.2). При этом от 199,5 до 200,5 г анализируемого продукта выпаривают порциями в кварцевой чашке по ГОСТ 19908 или платиновой по ГОСТ 6563.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности P = 0,95 не превышает:

для высшего сорта — 0,0003 %;

для первого сорта — 0,0006 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов определения не должна превышать ±0,0006 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Остаток после прокаливания используют для определения массовой доли железа.

7.6 Определение массовой доли железа

Для определения железа сульфосалициловым методом используют соляную кислоту по ГОСТ 3118, х. ч., раствор с массовой долей 25 % готовят по ГОСТ 4517.

7.6.1 Массовую долю железа определяют сульфосалициловым методом по ГОСТ 10555. К остатку, полученному после прокаливания по 7.5, прибавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и нагревают до полного растворения осадка (раствор А).

Для продукта высшего сорта полученный раствор (раствор А) переносят количественно в мерную колбу следующим образом: в чашку с раствором А добавляют 10 см^3 дистиллированной воды, подогревают и переносят в мерную колбу исполнения 1 или 2 вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770, затем чашку дополнительно промывают 10 см^3 дистиллированной воды и промывную воду переносят количественно в эту же колбу. Затем к содержимому колбы прибавляют 2 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают и добавляют 5 см^3 раствора аммиака, тщательно перемешивают и проводят определение по ГОСТ 10555.

Для продукта первого сорта полученный раствор (раствор А) разбавляют. Для этого раствор А количественно переносят в мерную колбу следующим образом: в чашку с раствором А добавляют 10 см^3 дистиллированной воды, подогревают и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770, затем чашку дополнительно промывают 10 см^3 дистиллированной воды и промывную воду количественно переносят в эту же колбу, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают (раствор Б). Затем переносят 1 см^3 раствора Б в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют 2 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и перемешивают, затем прибавляют 5 см^3 раствора аммиака, тщательно перемешивают и проводят определение по ГОСТ 10555.

Одновременно проводят контрольный опыт с такими же количествами реактивов и в тех же условиях, что и при определении железа в анализируемой пробе.

7.6.2 Обработка результатов

Массовую долю железа X_1, %, вычисляют по формулам:

- для продукта высшего сорта

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000}, \quad (5)$$

- для продукта первого сорта

$$X_1 = \frac{m \cdot 50 \cdot 100}{m_1 \cdot 1000}, \quad (6)$$

где m — масса железа, определенная по градуировочному графику, мг;

m_1 — масса навески продукта, взятая для определения остатка после прокаливания по 4.6, г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает:

- для продукта высшего сорта — 0,000003 %;
- для продукта первого сорта — 0,00015 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результатов определения не должна превышать $\pm 3 \cdot 10^{-6}$ % для продукта высшего сорта и $\pm 1,5 \cdot 10^{-4}$ % для продукта первого сорта при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.7 Определение цвета в единицах Хазена

7.7.1 Цвет этиленгликоля в обычном состоянии определяют по ГОСТ 29131.

7.7.2 Определение цвета в единицах Хазена после кипячения с соляной кислотой

7.7.2.1 Аппаратура, реактивы

Коническая колба Кн-1-250-24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-1-400-29/32-ХС, ХШ-1-300-29/32-ХС или ХШ-1-400-29/32-ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2-2-1 по ГОСТ 29169.

Секундомер.

Кислота соляная х. ч. по ГОСТ 3118.

7.7.2.2 Проведение испытания

Помещают 100 см^3 этиленгликоля в коническую колбу, добавляют 1 см^3 соляной кислоты. К колбе присоединяют холодильник и помещают на предварительно нагретую песчаную баню или электроплитку. Содержимое колбы за время не более 10 мин доводят до кипения и выдерживают в кипящем состоянии (30 ± 3) с.

Колбу охлаждают до температуры окружающей среды.

Допускается для сокращения времени испытания охладить колбу водой, а затем довести на воздухе до температуры окружающей среды.

Цвет продукта после кипячения с соляной кислотой определяют по ГОСТ 29131.

7.8 Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

7.8.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные специального класса точности (I) или высокого класса точности (II) с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Секундомер.

Цилиндр 1-100-1 по ГОСТ 1770.

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

Колба Кн-2-250-ТХС по ГОСТ 25336.

Бромтимоловый синий (индикатор), водно-спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрия гидроокись х. ч. по ГОСТ 4328, раствор гидроокиси натрия с молярной концентрацией точно c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

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

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

7.8.2 Проведение испытания

От 99,50 до 100,50 г анализируемого продукта помещают в коническую колбу, прибавляют 100 см^3 воды, от трех до пяти капель раствора бромтимолового синего и титруют раствором гидроокиси натрия до появления синей окраски, устойчивой в течение 30 с.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов (без анализируемого продукта) проводят контрольное титрование.

7.8.3 Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}0006 \cdot 100}{m}, \qquad (7)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией точно c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией точно c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3, израсходованный на контрольное титрование, см^3;

0,0006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3, г;

m — масса навески анализируемого продукта, г.

При соблюдении условий проведения испытаний в соответствии с настоящим стандартом показатели прецизионности определения массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту не должны превышать значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3 — Прецизионность определения массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

Диапазон измерения массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту, %	Граница абсолютной погрешности (при P = 0,95), ±Δ,%	Предел повторяемости (при P = 0,95) r, %	Предел воспроизводимости (при P = 0,95) R, %
От 0,00010 до 0,00060 включ.	0,00004	0,00005	0,00006
Св. 0,0006 до 0,0009 включ.	0,0002	0,0002	0,0003
Св. 0,0009 до 0,0050 включ.	0,0005	0,0006	0,0007

7.9 Определение показателя преломления

Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2.

7.10 Определение пропускания в ультрафиолетовой области спектра

7.10.1 Аппаратура, реактивы

Спектрофотометр любого типа, обеспечивающий измерение пропускания в диапазоне от 210 до 370 нм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.10.2 Проведение испытания

Пропускание анализируемого продукта измеряют в кварцевых кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно дистиллированной воды при трех длинах волн: 220, 275 и 350 нм.

При соблюдении условий проведения испытаний в соответствии с настоящим стандартом показатели прецизионности определения пропускания в ультрафиолетовой области не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 — Показатели прецизионности определения пропускания в ультрафиолетовой области

Наименование показателя	Граница абсолютной погрешности (при P = 0,95) ±Δ, %	Предел воспроизводимости (при P = 0,95) R, %
Пропускание в ультрафиолетовой области спектра, %	1,1	1,5

8 Транспортирование и хранение

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

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

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

По согласованию с потребителем — 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, оснащенными 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 Автомобильным транспортом этиленгликоль перевозят в автоцистернах в соответствии с правилами перевозки на данном виде транспорта.

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

8.4 Этиленгликоль хранят в герметичных емкостях из алюминия, коррозионно-стойкой стали или алюминированной стали.

Этиленгликоль в бочках хранят в крытых неотапливаемых складских помещениях. Не допускается хранить продукт высшего сорта в бочках из углеродистой стали.

8.5 Бочки с этиленгликолем должны храниться вертикально. Высота штабеля бочек не должна превышать три яруса.

9 Гарантии изготовителя

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

9.2 Гарантийный срок хранения этиленгликоля высшего сорта — один год, первого сорта — три года 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] Дымент О. Н., Казанский К. С., Мирошников А. М. Гликоли и другие производные окиси этилена и пропилена. — М., Химия,1976. — 376 с.

[4] 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. Книга 2. — М.: Химия, 1990. — 384 с.

УДК 661.725.812:006.354 МКС 71.080.60

Ключевые слова: этиленгликоль, технические требования, требования безопасности, маркировка, упаковка, методы анализа, транспортирование, хранение

БЗ 2—2019/18

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

Сдано в набор 09.09.2019. Подписано в печать 08.10.2019. 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