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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
7568—
2018**

ЭТИЛЕНА ОКИСЬ

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») и Ассоциацией «Некоммерческое партнерство «Координационно-информационный центр государств — участников СНГ по сближению регуляторных практик» (Ассоциация «НП «КИЦ СНГ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 ноября 2018 г. № 54)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 июня 2019 г. № 332-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 7568—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 декабря 2019 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 7568—88

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
3.1 Изготовление и применение 3
3.2 Характеристики 3
3.3 Маркировка 3
3.4 Упаковка 4
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 этилена окиси 6
7.4 Определение массовой доли нелетучего остатка 6
7.5 Определение массовой доли воды 7
7.6 Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту 7
7.7 Определение массовой доли альдегидов в пересчете на ацетальдегид 8
7.8 Определение массовой доли двуокиси углерода 9
7.9 Определение цвета 12
8 Транспортирование и хранение 12
9 Гарантии изготовителя 13
Библиография 14

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

ЭТИЛЕНА ОКИСЬ

Технические условия

Ethylene oxide. Specifications

Дата введения — 2019—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на окись этилена в сжиженном состоянии, предназначенную для использования в химической, нефтехимической и других отраслях промышленности.

Окись этилена при нормальных условиях — бесцветный газ, в сжиженном состоянии — бесцветная прозрачная жидкость.

Формула: C_2H_4O

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 2016 г.) — 44,05.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

ГОСТ 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

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

ГОСТ 12.4.026 Система стандартов безопасности труда. Цвета сигнальные, знаки безопасности и разметка сигнальная. Назначение и правила применения. Общие технические требования и характеристики. Методы испытаний

ГОСТ 17.2.3.02 Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 195 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 949 Баллоны стальные малого и среднего объема для газов на $P_p \le 19{,}6$ МПа (200 кгс/см^2). Технические условия

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

ГОСТ 2405 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры и тягонапоромеры. Общие технические условия

ГОСТ 2768 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 4159 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4201 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

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

ГОСТ 5632 Легированные нержавеющие стали и сплавы коррозионно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные. Марки

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ ISO 7886-1 Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного использования

ГОСТ 8050 Двуокись углерода газообразная и жидкая. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 11683 (ИСО 3627—76) Пиросульфит натрия технический. Технические условия

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 14870 Продукты химические. Методы определения воды

ГОСТ 14871 Реактивы. Методы определения цветности жидких химических реактивов и растворов реактивов

ГОСТ 14921 Газы углеводородные сжиженные. Методы отбора проб

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[1)]

ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

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

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования[2)]

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

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

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

ГОСТ 25794.2 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 26319 Грузы опасные. Упаковка

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

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27026 Реактивы. Определение нелетучего остатка

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

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

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

ГОСТ 31340 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru указателям национальных стандартов, издаваемым в

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

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

государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Изготовление и применение

Окись этилена должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

В зависимости от области применения окись этилена выпускают двух марок: очищенную и техническую.

Очищенную окись этилена применяют для получения особо чистого этиленгликоля.

Техническую окись этилена применяют для получения гликолей, полиэфирных смол, смачивателей и других целей.

3.2 Характеристики

По физико-химическим показателям окись этилена должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Физико-химические показатели окиси этилена

Наименование показателя	Норма		Метод испытания
	Очищенная ОКП 24 1711 0100	Техническая ОКП 24 1711 0200	
1 Массовая доля окиси этилена, %, не менее	99,9	99,9	По 7.3
2 Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,0005	0,005	По 7.4, ГОСТ 27026
3 Массовая доля воды, %, не более	0,01	0,01	По 7.5, ГОСТ 14870
4 Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту, %, не более	0,002	0,002	По 7.6
5 Массовая доля альдегидов в пересчете на ацетальдегид, %, не более	0,001	0,01	По 7.7
6 Массовая доля двуокиси углерода, %, не более	0,001	0,003	По 7.8
7 Цвет, единицы Хазена, не более	5	10	По 7.9, ГОСТ 14871
Примечание — Цвет окиси этилена определяют только 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 «Беречь от нагрева», а также в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующем виде транспорта.

3.3.3 Каждая грузовая единица согласно правилам [1], [2] должна иметь маркировку, характеризующую степень опасности груза:

- класс опасности — 2;
- классификационный шифр — 2322;
- знак опасности — 2.3, 2.1;
- номер ООН — 1040;
- транспортное наименование: «Этилена окись»;
- номер аварийной карточки — 207 (при транспортировании по железной дороге).

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

3.3.5 Предупредительная маркировка — в соответствии с ГОСТ 31340.

3.4 Упаковка

Упаковка окиси этилена должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

Окись этилена упаковывают в стальные баллоны по ГОСТ 949 типа 150Л, 200Л, изготовленные из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632.

Допускается использовать имеющиеся в обращении другие баллоны, изготовленные из коррозионно-стойкой стали.

Баллоны для окиси этилена должны удовлетворять требованиям правил устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденных в установленном порядке.

4 Требования безопасности

4.1 Окись этилена в сжиженном состоянии является горючей, взрывоопасной и пожаровзрывоопасной жидкостью. Температура кипения — 10,4 °С; температура вспышки — минус 18 °С; температура самовоспламенения — 430 °С; концентрационные пределы распространения пламени: нижний — 3,2, верхний — 100 % (об.); максимальное давление взрыва может в 16 раз превышать давление в зависимости от условий протекания взрыва; нормальная скорость распространения пламени — 0,895 м/с [3].

Окись этилена может разлагаться или полимеризоваться при контакте с катализаторами (безводные хлориды алюминия, железа и олова; оксиды алюминия и железа; металлический калий; гидроксиды щелочных металлов; кислоты; органические основания и аммиак). Быстрое разложение или полимеризация окиси этилена сопровождается выделением тепла, что может приводить к взрыву. Реакция ускоряется даже при комнатной температуре, что может приводить к взрыву при температуре выше 30 °С.

В качестве материала для контейнеров при хранении окиси этилена не допускается использовать медь и ее сплавы, серебро и его сплавы, магний и его сплавы, чугун. Недопустим контакт с ртутью и ее сплавами [3].

Для изготовления прокладок, контактирующих с окисью этилена, рекомендуется использовать прессованный графит высокой чистоты (98 %), спирально-навитые прокладки из нержавеющей стали с наполнителем из графита. Не следует использовать в качестве прокладочных и уплотняющих материалов эластомеры, включая натуральный каучук, неопреновый, нитрильный, этиленпропиленовый каучуки, а также прокладки из асбеста и наполненных асбестом материалов [4].

При производстве и применении окиси этилена следует соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и взрывобезопасности по ГОСТ 12.1.010.

4.2 Окись этилена — высокоопасное вещество, 2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007. В организм человека может поступать через дыхательные пути, предельно допустимая концентрация (ПДК) окиси этилена в воздухе рабочей зоны — 3 мг/м^3 (максимальная разовая), 1 мг/м^3 (среднесменная).

Окись этилена оказывает наркотическое действие, вдыхание окиси этилена в концентрациях, превышающих ПДК, может стать причиной острого отравления и хронической интоксикации. Окись этилена оказывает раздражающее действие при попадании на кожные покровы, слизистые оболочки верхних дыхательных путей и глаз.

Окись этилена — канцероген.

4.3 Помещения, в которых проводят работы с этилена окисью, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающей содержание вредных веществ в концентрации, не выше предельно допустимой.

Оборудование и коммуникации должны быть герметизированы. Все трубопроводы выброса в атмосферу должны быть оборудованы огнепреградителями.

В помещении на видном месте должны быть размещены знаки со смысловым значением: «Осторожно! Легковоспламеняющееся вещество» и «Запрещается пользоваться открытым огнем» по ГОСТ 12.4.026.

Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой согласно отраслевым нормам и средствами индивидуальной защиты (резиновые перчатки, защитные очки, фильтрующий противогаз).

4.4 При загорании следует применять объемное тушение инертными газами, охлаждение водой.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 ПДК окиси этилена в воде водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения, а также в воде водоемов рыбохозяйственного назначения не регламентированы.

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

Правила установления нормативов ПДК загрязняющих веществ в сточных водах и контроль за их соблюдением соблюдают в порядке, установленном нормативно-правовыми актами, действующими в каждом из государств — участников соглашения.

5.3 ПДК паров окиси этилена в атмосферном воздухе населенных мест — 0,3 мг/м^3 (максимальная разовая), 0,03 мг/м^3 (среднесуточная). Лимитирующий показатель вредности — рефлекторный, класс опасности — 3 в соответствии с нормативными документами государств, проголосовавших за принятие настоящего стандарта[1)].

5.4 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.

5.5 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[1)].

6 Правила приемки

6.1 Окись этилена принимают партиями. Партией считают количество продукта, однородного по показателям качества, массой не более 600 т, сопровождаемого одним документом о качестве.

[1)] В Российской Федерации действуют Гигиенические нормативы 2.2.5.1313 03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»; Гигиенические нормативы 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; Гигиенические нормативы 2.1.6.3492-17 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе городских и сельских поселений»; Гигиенические нормативы 2.1.6.3492-17 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе городских и сельских поселений»; Санитарные правила и нормы 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.

Документ о качестве должен содержать:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукта и его марку;
- номер партии и дату изготовления;
- номера цистерн, контейнеров-цистерн или баллонов, входящих в партию;
- дату заполнения тары;
- массу нетто и брутто;
- количество грузовых мест в партии;
- обозначение настоящего стандарта;
- результаты проведенных испытаний и (или) подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта.

6.2 Для проверки соответствия качества окиси этилена требованиям настоящего стандарта объем выборки составляет: 2 % баллонов, но не менее двух баллонов; 5 % контейнеров-цистерн или одна контейнер-цистерна при партии менее 20 контейнеров-цистерн, или одна цистерна.

Допускается у изготовителя отбирать пробу из резервуара-хранилища перед заполнением продуктом цистерн, контейнеров-цистерн или баллонов.

6.3 При получении неудовлетворительных результатов испытаний как минимум по одному из показателей проводят повторные испытания по всем показателям на удвоенной выборке контейнеров-цистерн и баллонов или вновь отобранной пробе из цистерны и резервуара-хранилища.

Результаты повторного испытания распространены на всю партию.

7 Методы испытаний

7.1 Отбор проб

Пробу из резервуаров-хранилищ, цистерн, контейнеров-цистерн и баллонов под давлением отбирают из жидкой фазы через сифонную трубку и металлический переходник в герметичный металлический пробоотборник ПГО-400 по ГОСТ 14921 или аналогичный, рассчитанный на работу при допускаемом давлении и исключающий контакт с атмосферой.

Допускается применение стеклянных сосудов (сосуд Дьюара, колбы Бунзена), исключающих контакт пробы с водой атмосферы.

7.2 Общие указания

Общие указания по проведению испытаний — 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 испытаний — до того десятичного знака, который указан в таблице технических требований.

7.3 Определение массовой доли этилена окиси

Массовую долю окиси этилена X, %, вычисляют по формуле

$$X = 100 - \Sigma X_i, \quad (1)$$

где ΣX_i — сумма массовых долей примесей (воды, альдегидов, кислот, двуокиси углерода и нелетучего остатка), %.

7.4 Определение массовой доли нелетучего остатка

Массовую долю нелетучего остатка определяют по ГОСТ 27026, используя платиновую чашку по ГОСТ 6563 или кварцевую по ГОСТ 19908 и термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в диапазоне от 0 °С до 5 °С, с ценой деления не более 1 °С, цилиндр 1–100–2 по ГОСТ 1770.

При этом объем анализируемой пробы составляет 300 $см^3$ для очищенного продукта и 100 $см^3$ для технического продукта.

Пробу окиси этилена вносят в чашку, охлажденную до температуры не выше 4 °С, цилиндром, охлажденным до той же температуры. Чашку с продуктом помещают на водяную баню комнатной темпе-

ратуры и испаряют окись этилена в вытяжном шкафу. Допускается испарять окись этилена порционно, добавляя ее в чашку частями.

Массовую долю нелетучего остатка X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{V \cdot 0{,}891}, \quad (2)$$

где m — масса нелетучего остатка, г;

V — объем анализируемой пробы, см^3;

0,891 — плотность окиси этилена при температуре 4 °С, г/см^3.

При соблюдении условий проведения анализа в соответствии с данной методикой значения показателей прецизионности при определении массовой доли нелетучего остатка не превышают значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Прецизионность определения массовой доли нелетучего остатка

Диапазон измерения массовой доли нелетучего остатка, %	Показатель точности (границы 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 0,00030 включ.	0,00004	0,00005	0,00006
Св. 0,0003 до 0,0010 включ.	0,0001	0,0002	0,0002
Св. 0,001 до 0,005 включ.	0,001	0,002	0,002

При разногласиях в оценке массовой доли нелетучего остатка для взвешивания используют весы специального класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания не более 310 г.

7.5 Определение массовой доли воды

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

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

7.6 Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

7.6.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Бюретка 1–2–2–5–0,2 по ГОСТ 29251.

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

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в диапазоне от 0 °С до 5 °С, с ценой деления не более 1 °С.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

7.6.2 Проведение испытания

В коническую колбу помещают 40 см^3 дистиллированной воды, охлаждают до температуры 4 °С, вносят предварительно охлажденным до температуры от 0 °С до 4 °С цилиндром 50 см^3 окиси этилена и перемешивают.

К полученному раствору прибавляют от трех до пяти капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, устойчивой в течение 30 с. Одновременно в тех же условиях проводят контрольное титрование 40 см^3 воды.

7.6.3 Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{(V - V_1)\,0{,}0006 \cdot 100}{V_2 \cdot 0{,}891}, \quad (3)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм^3, израсходованный на контрольное титрование, см^3;

0,0006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией точно 0,01 моль/дм^3, г/см^3;

V_2 — объем анализируемой пробы, см^3;

0,891 — плотность окиси этилена при температуре 4 °С, г/см^3.

При соблюдении условий проведения анализа в соответствии с настоящим методом значение показателей прецизионности при определении массовой доли кислот в пересчет на уксусную кислоту не превышают значений, приведенных в таблице 3.

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

Диапазон измерения массовой доли кислот в пересчете на уксусную, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности при P = 0,95) ±Δ, %	Предел повторяемости (при P = 0,95) r, %	Предел воспроизводимости (при P = 0,95) R, %
От 0,0005 до 0,0020 включ.	0,0003	0,0003	0,0004

7.7 Определение массовой доли альдегидов в пересчете на ацетальдегид

7.7.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные среднего класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания не более 610 г.

Бюретки 1–1–2–25–0,1 или 1–1–2–50–0,1 и 1–1–2–5–0,02 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1–2–5, 1–2–10, 1–2–25 и 1–2–50 по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1–10–2, 1–50–2 и 1–500–2 по ГОСТ 1770.

Колба типа КГУ-2 по ГОСТ 25336 исполнения 1 вместимостью 500 см^3.

Керн КПО-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Колба типа Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см^3.

Колба мерная 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Воронка капельная ВК-100 ХС по ГОСТ 25336.

Склянка для промывания газов СН-1-250 с насадкой по ГОСТ 25336.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в диапазоне от 0 °С до 5 °С, с ценой деления не более 1 °С.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201.

Пиросульфит натрия технический по ГОСТ 11683 или натрий сернистокислый (сульфит натрия) по ГОСТ 195, насыщенный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %.

Йод по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации c ($1/2I_2$) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н); готовят по ГОСТ 25794.2.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Натрий сернистокислый кислый (гидросульфит натрия), раствор с массовой долей 0,1 % (раствор Б).

Допускается готовить раствор натрия сернистокислого кислого с массовой долей 0,1 % следующим образом.

Для приготовления исходного раствора натрия сернистокислого кислого (раствор А) собирают установку следующим образом: в круглодонную колбу с двумя горлами вместимостью 500 см^3 помещают навеску пиросульфита натрия массой приблизительно 80 г, взвешенную с точностью до второго десятичного знака, или 200 см^3 насыщенного раствора натрия сернистокислого.

Оснащают колбу с помощью перехода или резиновой пробки капельной воронкой. К боковой горловине колбы с помощью керна подсоединяют последовательно две склянки для промывания газов. В первую склянку помещают навеску натрия углекислого кислого массой 40 г, взвешенную с точностью

до второго десятичного знака, и приливают цилиндром 300 см^3 дистиллированной воды, во вторую склянку помещают 300 см^3 дистиллированной воды. Аккуратно открывают кран воронки и по каплям добавляют серную кислоту.

Выделяющийся сернистый газ пропускают через склянки для промывания газов до полного прекращения выделения углекислого газа в первой склянке (прекращение выделения мелких пузырьков газа из всего объема раствора натрия углекислого кислого). Раствор, полученный в первой склянке, используют в качестве исходного раствора натрия сернистокислого кислого (раствора А). Срок хранения раствора А — не более 3 мес.

Рабочий раствор натрия сернистокислого кислого с массовой долей 0,1 % (раствор Б) готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 пипеткой помещают 7 см^3 исходного раствора натрия сернокислого кислого (раствор А), приливают цилиндром 50 см^3 этилового спирта, перемешивают, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и вновь перемешивают.

Значение pH раствора Б, измеренное с помощью иономера, должно быть не ниже 3,0.

Срок хранения раствора Б — не более семи дней.

7.7.2 Проведение испытаний

В коническую колбу помещают 20 см^3 раствора натрия сернистокислого кислого (раствор Б). Колбу охлаждают до температуры от 0 °С до 4 °С и при помощи охлажденной пипетки, опуская кончик под слой раствора, вносят 10 см^3 окиси этилена (допускается вносить окись этилена заранее охлажденным мерным цилиндром), закрывают колбу притертой пробкой и, придерживая ее, осторожно перемешивают. Затем помещают колбу на 30 мин в ледяную баню, добавляют 1 см^3 раствора крахмала и титруют раствором йода до получения синего окрашивания, устойчивого в течение 5 мин. После этого добавляют приблизительно 1 г натрия углекислого кислого или 10 см^3 насыщенного водного раствора углекислого кислого натрия, перемешивают и вторично титруют раствором йода с использованием бюретки вместимостью 5 см^3 до получения устойчивого в течение 5 мин синего окрашивания. Аналогично проводят контрольный опыт.

7.7.3 Обработка результатов

Массовую долю альдегидов в пересчете на ацетальдегид X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2)\,0{,}00022 \cdot 100}{V \cdot 0{,}891}, \qquad (4)$$

где V_1 — объем раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование исследуемой пробы после прибавления натрия углекислого кислого, см^3;

V_2 — объем раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование контрольной пробы после прибавления натрия углекислого кислого, см^3;

0,00022 — масса ацетальдегида, соответствующая 1 см^3 раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм^3, г;

V — объем анализируемой пробы, см^3;

0,891 — плотность окиси этилена при температуре 4 °С, г/см^3.

При соблюдении условий проведения испытаний в соответствии с настоящей методикой значение показателей прецизионности при определении массовой доли альдегидов в пересчете на ацетальдегид не превышают значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 — Прецизионность определения массовой доли альдегидов в пересчете на ацетальдегид

Диапазон измерения массовой доли альдегидов в пересчете на ацетальдегид, %	Показатель точности (границы 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 0,00100 включ.	0,00004	0,00005	0,00006
Св. 0,0010 до 0,0100 включ.	0,0004	0,0005	0,0006

7.8 Определение массовой доли двуокиси углерода

Массовую долю двуокиси углерода определяют методом газовой хроматографии. Определение проводят методом абсолютной градуировки.

7.8.1 Аппаратура, реактивы

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с детектором по теплопроводности.

Комплекс программно-аппаратный любого типа.

Колонка газохроматографическая стальная или стеклянная длиной от 2 до 3 м внутренним диаметром 3 мм, допускается использовать капиллярную колонку PLOT. Весы лабораторные высокого или среднего классов точности по ГОСТ 24104 с наибольшими пределами взвешивания 310 и 610 г соответственно.

Манометр, вакуумметр или мановакуумметр по ГОСТ 2405 класса точности 0,6.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

Шприц медицинский по ГОСТ 22967 или по ГОСТ ISO 7886-1.

Ацетон технический по ГОСТ 2768.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Газ-носитель: гелий газообразный.

Двуокись углерода газообразная и жидкая по ГОСТ 8050.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

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

Сорбенты: порапак Q или порапак P, хромосорб 102, цеолит NaX с частицами размером от 0,15 до 0,18 мм (от 80 до 100 меш) или полисорб-1 с частицами размером от 0,25 до 0,50 мм.

Стекловолокно или стекловата.

Сита с сетками номер 025 и номер 05 по ГОСТ 6613.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

7.8.2 Подготовка к испытанию

7.8.2.1 Приготовление насадки и заполнение колонки

Полисорб-1 отсеивают, отбирают необходимую фракцию, переносят ее на воронку Бюхнера, подсоединенную к водоструйному насосу, промывают ацетоном, затем спиртом, взятыми в трех-, пятикратном избытке по отношению к объему сорбента, затем сушат под тягой до полного удаления растворителя. Порапак Q, порапак P, хромосорб 102, цеолит NaX используют без предварительной обработки.

Хроматографическую колонку промывают водой, ацетоном и высушивают сжатым воздухом. Насадку вносят в хроматографическую колонку небольшими порциями и уплотняют с помощью вибратора и вакуумного насоса, подсоединенного к противоположному от ввода насадки концу колонки, закрытому стекловолокном или стекловатой. После заполнения колонки второй конец закрывают стекловолокном или стекловатой. Заполненную колонку устанавливают в термостат прибора и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 48 ч, постепенно повышая при этом температуру от 50 °С до 180 °С. Колонку выдерживают при этой температуре не менее 20 ч.

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

7.8.2.2 Режим градуировки и работы хроматографа:

- объемный расход газа-носителя, $см^3$/мин — 30—50;
- температура термостата колонок, °С — 30—200;
- температура детектора, °С — 90—120;
- температура испарителя (крана-дозатора), °С — 50—80;
- сила тока моста детектора, мА — 160—230;
- объем вводимой пробы, $см^3$ — 1—5.

При градуировке хроматографа и анализе продукта в испаритель хроматографа вводят шприцем (краном-дозатором) одинаковые по объему пробы.

Концентрацию двуокиси углерода определяют при температуре термостата колонок 30 °С. После регистрации пика двуокиси углерода температуру термостата поднимают до температуры от 120 °С до 200 °С и выдерживают ее до выхода пиков ацетальдегида и окиси этилена.

В зависимости от типа применяемого сорбента и марки хроматографа в режим работы хроматографа могут быть внесены некоторые изменения для определения примеси двуокиси углерода с погрешностью, указанной в настоящем стандарте.

7.8.2.3 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа проводят по трем—пяти градуировочным смесям, содержащим двуокись углерода в концентрациях, близких к ее концентрации в продукте.

Градуировочные смеси готовят объемным методом в стеклянных сосудах вместимостью от 0,5 до 5 $дм^3$, оснащенных прокалываемой прокладкой, двухходовым краном и помещенных в защитный чехол.

Сосуд предварительно продувают азотом или гелием, затем вакуумируют до остаточного давления от 2,5 до 4,0 кПа (от 0,025 до 0,040 кгс/см^3). Вводят в сосуд шприцем через прокладку от 1 до 10 см^3 двуокиси углерода, при этом относительная погрешность измерения объема не должна превышать 7 %. Далее сосуд заполняют гелием до давления от 98 до 147 кПа (от 1,00 до 1,50 кгс/см^2). Полученную смесь выдерживают в течение от 30 до 45 мин. Разбавление смеси проводят во втором сосуде аналогичным образом. Погрешность приготовления градуировочной смеси с заданной концентрацией двуокиси углерода не должна превышать 10 % заданных концентраций. Из градуировочной смеси отбирают необходимый объем и вводят в испаритель хроматографа не менее четырех-пяти раз.

Градуировочный коэффициент двуокиси углерода K_{CO_2} вычисляют по формуле

$$K_{CO_2} = \frac{C}{S}, \quad (5)$$

где C — объемная доля двуокиси углерода в градуировочной смеси, %;

S — площадь пика двуокиси углерода, мВ·мин.

Объемную долю двуокиси углерода C, %, вычисляют по формуле

$$C = \frac{V_1 V_2 P_2}{V_3 V_4 P_1 P_2} 100, \quad (6)$$

где V_1 — объем двуокиси углерода, введенный в сосуд 1, см^3;

V_2 — объем смеси из сосуда 1, введенный в сосуд 2, см^3;

P — атмосферное давление, кПа (кгс/см^2);

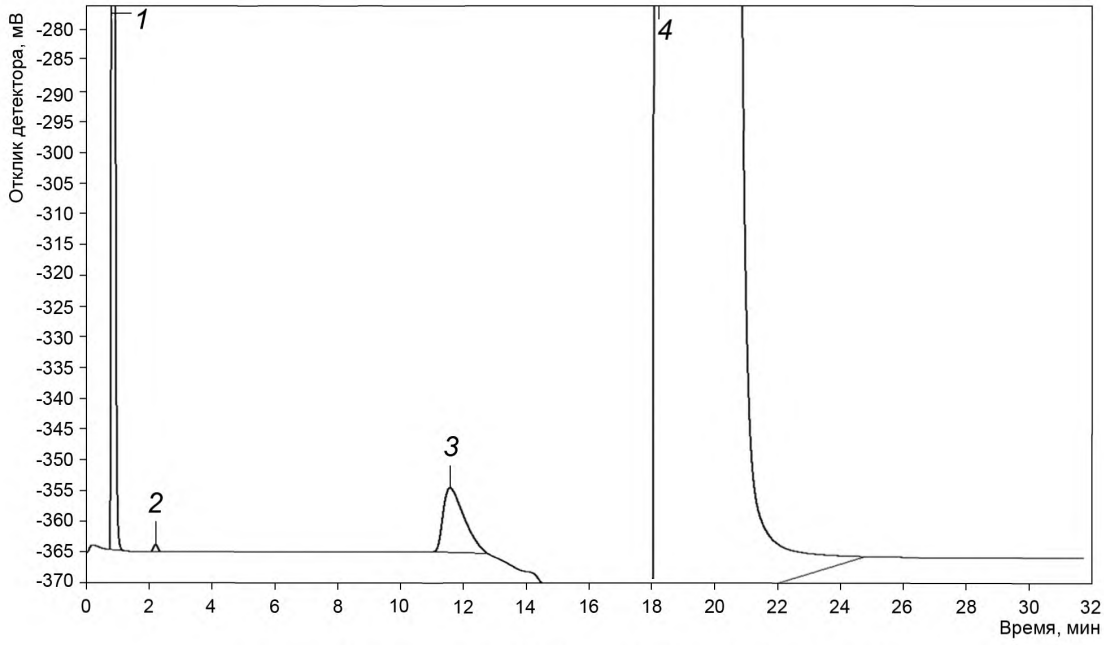
V_3 — объем сосуда 1, см^3;

V_4 — объем сосуда 2, см^3;

P_1, P_2 — давление в сосудах 1 и 2 соответственно, кПа (кгс/см^2).

Площадь пика определяют с помощью системы сбора и обработки информации.

Градуировочный коэффициент двуокиси углерода определяют как среднеарифметическое значение результатов всех определений, вычисленных с точностью до второго десятичного знака. Градуировку хроматографа проводят при смене сорбента в колонке, изменении условий хроматографического определения и после ремонта хроматографа. Типовая хроматограмма окиси этилена приведена на рисунке 1.



1 — воздух; *2* — двуокись углерода; *3* — ацетальдегид; *4* — окись этилена

Рисунок 1 — Типовая хроматограмма анализа окиси этилена

Допускается проводить градуировку прибора с использованием готовых поверочных газовых смесей (ПГС), полученных с завода-изготовителя и имеющих паспорт качества.

7.8.3 Проведение анализа

Пробу жидкой окиси этилена (около 10 см^3) помещают в сосуд вместимостью от 15 до 20 см^3, исключив контакт продукта с атмосферой, и закрывают эластичной пробкой, проколотой инъекционной иглой внутренним диаметром от 0,4 до 0,6 мм. Через 5—10 мин, прокалывая пробку медицинским шприцем, отбирают от 1 до 5 см^3 паров пробы и вводят в испаритель хроматографа. Газообразную окись этилена можно вводить в хроматограф с помощью крана-дозатора из стального пробоотборника ПГО-400 (перед выполнением анализа пробоотборник следует заземлить).

7.8.4 Обработка результатов

Массовую долю двуокиси углерода X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = K_{CO_2} S, \quad (7)$$

где S — площадь пика двуокиси углерода, мВ · мин;

K_{CO_2} — градуировочный коэффициент двуокиси углерода, %/мВ · мин.

Значения массовой и объемной долей двуокиси углерода в окиси этилена совпадают.

При соблюдении условий проведения анализа в соответствии с данной методикой значение показателей прецизионности при определении массовой доли двуокиси углерода не превышают значений, представленных в таблице 5.

Таблица 5 — Прецизионность определения массовой доли двуокиси углерода

Диапазон измерения массовой доли двуокиси углерода, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности при P = 0,95) ±Δ, %	Предел повторяемости (при P = 0,95) r, %	Предел воспроизводимости (при P = 0,95) R, %
От 0,0003 до 0,0030 включ.	0,0002	0,0003	0,0003

7.9 Определение цвета

Цвет окиси этилена определяют визуально по ГОСТ 14871 по платинокобальтовой шкале. Пробирку перед заполнением анализируемой пробой охлаждают, обмывая ее стенки жидкой окисью этилена. Допускается использовать цилиндры по ГОСТ 18481.

Допускается проводить определение цвета продукта по ГОСТ 29131.

При разногласиях в оценке цвета окиси этилена определение проводят по ГОСТ 14871.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Окись этилена транспортируют в крытых транспортных средствах железнодорожным, автомобильным и водным транспортом в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

8.2 Железнодорожным транспортом окись этилена транспортируют в специальных цистернах грузоотправителя (грузополучателя), рассчитанных на давление. Специальные трафареты на цистернах и знаки опасности — в соответствии с правилами перевозки грузов ([1], раздел 41). Окись этилена в баллонах транспортируют повагонными отправками.

Допускается транспортировать окись этилена в имеющихся в обращении контейнерах-цистернах, изготовленных из коррозионно-стойкой стали и удовлетворяющих правилам промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используют оборудование, работающее под избыточным давлением, утвержденным в установленном порядке.

Водным транспортом окись этилена в баллонах транспортируют в пакетированном виде в соответствии с ГОСТ 26663 или в контейнерах.

8.3 Специальные цистерны и контейнер-цистерны должны иметь теплоизоляцию, обеспечивающую транспортирование окиси этилена при температуре не выше 25 °С.

Окись этилена транспортируют под избыточным давлением от 275 до 343 кПа (от 2,8 до 3,5 кгс/см^2), создаваемым азотом (по ГОСТ 9293) с содержанием кислорода не более 0,3 % (об.).

Разгрузку цистерн и контейнеров-цистерн проводят с помощью азота (ГОСТ 9293) с содержанием кислорода не более 0,3 % (об.) до остаточного давления 69 кПа (0,7 кгс/см^2).

8.4 Баллоны с окисью этилена транспортируют в горизонтальном положении. Для предохранения баллонов от соударений используют деревянные бруски с вырезанными гнездами для баллонов, резиновые кольца толщиной 25 мм (по два кольца на каждый баллон). Баллоны укладывают вентилями в одну сторону — к боковым бортам автомашины или стенкам вагона.

При транспортировании баллонов с окисью этилена на боковых штуцерах вентилей должны быть поставлены заглушки.

Допускается транспортировать баллоны с окисью этилена в вертикальном положении в специальных контейнерах-кассетах при условии предохранения баллонов от соударений и возможного падения.

8.5 Окись этилена хранят в упаковке изготовителя или в резервуарах из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632.

В резервуарах окись этилена хранят под избыточным давлением от 69 до 343 кПа (от 0,7 до 3,5 кгс/см^2), создаваемым азотом по ГОСТ 9293, с содержанием кислорода не более 0,3 % (об.).

Температура окиси этилена при хранении не должна превышать 10 °С.

Баллоны с окисью этилена хранят в соответствии с правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденными в установленном порядке.

9 Гарантии изготовителя

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

9.2 Гарантийный срок хранения окиси этилена — 6 мес со дня 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. — 384 с.

[4] Окись этилена. Второе совместное издание «Celanese», «Dow», «Shell Chemicals», «Sunoco Chemicals», «Equistar», 1999 г.

УДК 651.7:547.422.02-31:006.354 МКС 71.080.60 ОКП 24 1711

Ключевые слова: этилена окись, технические требования, требования безопасности, маркировка, упаковка, методы испытания, транспортирование, хранение

БЗ 8—2018/13

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 28.06.2019. Подписано в печать 04.07.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,86.
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