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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 26624— 2016

2-ЭТИЛГЕКСАНОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 марта 2016 г. № 86-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 мая 2016 г. № 288-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 26624—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 26624—85

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

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
3.2 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 анализа . . . 5
7.1 Отбор проб . . . 5
7.2 Общие указания . . . 6
7.3 Определение массовой доли 2-этилгексанола и 2-этил-4-метилпентанола . . . 6
7.4 Определение кислотного числа . . . 10
7.5 Определение массовой доли альдегидов и кетонов . . . 11
7.6 Определение массовой доли непредельных соединений . . . 13
7.7 Определение массовой доли воды . . . 14
8 Транспортирование и хранение . . . 16
9 Гарантии изготовителя . . . 17
Приложение А (справочное) Перечень нормативных документов, действующих в Российской Федерации . . . 18
Библиография . . . 19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

2-ЭТИЛГЕКСАНОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical 2-ethylhexanol. Specifications

Дата введения — 2017—01—01

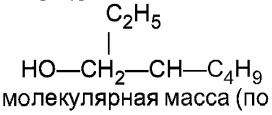
1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на технический 2-этилгексанол (2-этилгексанол-1, изооктиловый спирт), получаемый из *н*-масляного альдегида, *н*-бутилового спирта, уксусного альдегида и предназначенный для синтеза пластификаторов, стабилизаторов, присадок к смазочным маслам, для использования в качестве растворителя.

Формулы:

эмпирическая $C_8H_{18}O$

структурная



Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 2013 г.) — 130,23.

Настоящий стандарт устанавливает требования к техническому 2-этилгексанолу, изготовляемому для нужд экономики и для экспорта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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

ГОСТ 12.4.121—2015 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Противогазы фильтрующие. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.253—2013 (EN 166:2002) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования

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

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 112—78 Термометры метеорологические стеклянные. Технические условия

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

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 3022—80 Водород технический. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4457—74 Реактивы. Калий бромноватокислый. Технические условия
ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
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 6995—77 Реактивы. Метанол-яд. 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 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 13950—91 Бочки стальные сварные и закатные с гофрами на корпусе. Технические условия
ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*
ГОСТ 18677—73 Пломбы. Конструкция и размеры
ГОСТ 18680—73 Детали пломбирования. Общие технические условия
ГОСТ 18995.1—73 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности
ГОСТ 20010—93 Перчатки резиновые технические. Технические условия
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия
ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования**
ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25706—83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования
ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования
ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов
ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия
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 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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.

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

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

3 Технические требования

3.1 Технический 2-этилгексанол должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

3.2 Характеристики

3.2.1 По физико-химическим показателям технический 2-этилгексанол должен соответствовать нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		Методы анализа
	Высший сорт	Первый сорт	
1 Цветность по платинокобальтовой шкале, единицы Хазена, не более	10	10	По ГОСТ 29131
2 Плотность при 20 °С, г/см^3	0,831—0,833	0,830—0,833	По ГОСТ 18995.1, раздел 1 или по [1]
3 Массовая доля 2-этилгексанола, %, не менее	99,0	98,0	По 7.3 настоящего стандарта
4 Массовая доля 2-этил-4-метилпентанола, %, не более	0,5	1,5	По 7.3 настоящего стандарта
5 Кислотное число, мг KOH/г, не более	0,03	0,05	По 7.4 настоящего стандарта
6 Массовая доля альдегидов и кетонов в пересчете на 2-этилгексаналь, % не более	0,05	0,10	По 7.5 настоящего стандарта
7 Массовая доля непредельных соединений в пересчете на 2-этилгексеналь, %, не более	0,02	0,05	По 7.6 настоящего стандарта
8 Массовая доля воды, %, не более	0,1	0,2	По 7.7 настоящего стандарта

3.2.2 Норма по показателю 3 для продукта высшего и первого сортов, получаемого из уксусного альдегида, должна быть не менее 99,5 %, а показатель 4 не нормируется.

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.

2-этилгексанол не относится к опасным грузам.

3.3.2 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с указанием манипуляционных знаков «Беречь от солнечных лучей» и «Герметичная упаковка», а также в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующем виде транспорта.

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

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

Способ нанесения маркировки по ГОСТ 14192.

3.3.4 Маркировка упакованного 2-этилгексанола, предназначенного для экспорта, должна соответствовать требованиям договора (контракта), ГОСТ 14192, настоящего стандарта и правилам перевозки грузов на соответствующем виде транспорта в международном грузовом сообщении.

3.4 Упаковка

Технический 2-этилгексанол упаковывают в транспортную тару: стальные сварные или закатные бочки по ГОСТ 6247 тип I или ГОСТ 13950 тип 1А1 номинальным объемом 200 $дм^3$.

Бочки должны быть герметично укупорены и опломбированы металлической пломбой по ГОСТ 18677 или ГОСТ 18680.

4 Требования безопасности

4.1 По степени воздействия на организм 2-этилгексанол относят к умеренно опасным веществам (3-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007)*.

4.2 Предельная допустимая концентрация (ПДК) паров 2-этилгексанола в воздухе рабочей зоны — 10 $мг/м^3$*.

4.3 При превышении предельно допустимой концентрации пары 2-этилгексанола вызывают раздражение слизистых оболочек глаз и дыхательных путей, а также вызывают раздражение кожи. 2-этилгексанол кумулятивными свойствами не обладает.

Меры первой помощи:

- при попадании в глаза — промыть большим количеством воды;
- при попадании на кожу — смыть под струей воды.

После оказания первой помощи — обратиться к врачу.

4.4 Помещения, в которых проводят работы с 2-этилгексанолом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021, обеспечивающей содержание вредных веществ в концентрации не выше предельно допустимой, а оборудование — местными отсосами.

4.5 При работе с 2-этилгексанолом применяют индивидуальные средства защиты: фильтрующий противогаз с коробкой типа I или II марки А или БКФ по ГОСТ 12.4.121 или с комбинированным фильтром ДОТ, очки защитные по ГОСТ 12.4.253, перчатки резиновые по ГОСТ 20010.

4.6 При розливе 2-этилгексанола, его убирают, смывая водой в дренажную емкость. Небольшое количество разлитого продукта собирают ветошью в герметичную тару с последующим уничтожением в установленном порядке. Работы по уборке следует проводить при включенной вентиляции с применением индивидуальных средств защиты.

2-Этилгексанол в воздушной среде и сточных водах в присутствии других веществ и под влиянием природных факторов токсичных соединений не образует.

4.7 2-этилгексанол — горючая жидкость.

Температура вспышки в закрытом тигле — 78 °С.

Температура воспламенения — 86 °С.

Температура самовоспламенения — 270 °С.

Концентрационные пределы воспламенения паров в смеси с воздухом при 100 °С, % об:

- нижний — 0,9;
- верхний — 6,3.

Температурный предел распространения пламени (воспламенения), °С:

- нижний — 73;
- верхний — 110.

4.8 При сливо-наливных операциях необходимо строго соблюдать требования правил защиты от статического электричества в производствах химической, нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленностей.

4.9 В помещениях для хранения и применения 2-этилгексанола запрещается обращение с открытым огнем, а также использование инструментов, дающих при ударе искру. Электрооборудование и искусственное освещение должны быть выполнены во взрывобезопасном исполнении в соответствии с ГОСТ 12.1.018.

4.10 Для тушения горящего 2-этилгексанола необходимо использовать распыленную воду, воздушно-механическую пену, порошки общего назначения и универсальные порошки специального назначения.

---

* Перечень нормативных документов, действующих в Российской Федерации, приведен в приложении А.

Для тушения небольших очагов загорания применяют ручные порошковые огнетушители ОП-4, ОП-5, ОПУ-5.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 ПДК 2-этилгексанола в воде водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения — 0,15 мг/л. Лимитирующий показатель вредности — общесанитарный, класс опасности — 3*.

5.2 Предельно допустимая концентрация 2-этилгексанола в воде водоемов рыбохозяйственного значения — 0,09 мг/дм^3. Лимитирующий показатель вредности — токсикологический, 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 осуществляют в порядке, установленном нормативно-правовыми актами страны-изготовителя.

5.4 Максимально разовая ПДК 2-этилгексанола в атмосферном воздухе населенных мест — 0,15 мг/м^3. Лимитирующий показатель вредности — рефлекторный, класс опасности — 4*.

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 Технический 2-этилгексанол принимают партиями. Партией считают любое количество 2-этилгексанола, однородного по своим качественным показателям и сопровождаемого одним документом о качестве.

При отгрузке 2-этилгексанола в цистернах и автоцистернах за партию принимают каждую цистерну.

Документ о качестве должен содержать:

- наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак и юридический адрес;
- наименование продукта, сорт;
- номер партии;
- массу нетто партии;
- дату изготовления;
- результаты проведенного анализа или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Объем выборки — по ГОСТ 2517.

6.3 При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторный анализ на вновь отобранной пробе от той же партии или из цистерны. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

7 Методы анализа

7.1 Отбор проб

7.1.1 Точечные пробы 2-этилгексанола отбирают по ГОСТ 2517. Из цистерн точечные пробы отбирают пробоотборником от верхнего, среднего и нижнего слоев продукта, из бочек — чистой стеклянной трубкой с оттянутым концом, погружая ее до дна.

7.1.2 Отобранные точечные пробы, соединяют вместе и тщательно перемешивают. Объем объединенной пробы должен быть не менее 1 дм^3.

---

* Перечень нормативных документов, действующих в Российской Федерации, приведен в приложении А.

7.2 Общие указания

7.2.1 При проведении анализа и приготовления растворов применяют реактивы квалификаций «химически чистый» или «чистый для анализа», если нет других указаний.

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

7.2.3 Допускается применять другие методы анализа, обеспечивающие требуемую точность и достоверность результатов определения, аттестованные в установленном порядке.

При разногласиях в оценке качества продукта анализ проводят методами, указанными в настоящем стандарте, с применением средств измерения, оборудования и реактивов, предусмотренных этими методами.

7.2.4 При разногласиях в оценке плотности, определение проводят по ГОСТ 18995.1, раздел 1.

7.3 Определение массовой доли 2-этилгексанола и 2-этил-4-метилпентанола

Метод заключается в газохроматографическом разделении основного вещества и примесей, их регистрации с помощью пламенно-ионизационного детектора и определении их методом внутреннего эталона.

7.3.1 Аппаратура и реактивы

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором или аппаратно-хроматографический комплекс, оснащенный блоком управления хроматографом и блоком обработки хроматографической информации с программным обеспечением.

Микрошприц вместимостью 1 мм^3.

Колонка хроматографическая насадочная с внутренним диаметром 3—4 мм и длиной 2—3 м.

Допускается применять микронасадочные и капиллярные колонки обеспечивающие четкое (удовлетворительное) разделение компонентов пробы продукта.

Носитель твердый — хромосорб-W, хроматон-N, инертон или динохром-Н с частицами размером 0,160—0,200 мм или 0,200—0,315 мм.

Фаза неподвижная — полиэтиленгликоль (ПЭГ) марки М-20000 или полиэтиленгликольадипинат (ПЭГА).

Газ-носитель — азот газообразный повышенной чистоты первого сорта по ГОСТ 9293, или аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157, или гелий.

Воздух сжатый для приборов.

Водород технический по ГОСТ 3022.

Хлороформ очищенный по ГОСТ 20015 или хлороформ фармакопейный.

Эталон внутренний: *н*-ниловый спирт или *н*-амиловый спирт с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Шкаф сушильный с температурой нагрева до 300 °С.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706.

Интегратор.

Чашка выпарительная № 3 по ГОСТ 9147.

Набор сит с сетками с номинальным размером стороны ячеек в свету от 0,160 до 0,315 мм по ГОСТ 6613.

Баня водяная, обеспечивающая нагрев (60—80) °С.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

7.3.2 Подготовка к анализу

Приготовление насадки

Твердый носитель сушат в сушильном шкафу при 150 °С—160 °С в течение 5—6 ч, охлаждают и просеивают через сита, отбирая фракции с частицами размером 0,160—0,200 мм или 0,200—0,315 мм.

На твердый носитель наносят неподвижную фазу в количестве 10 % от массы носителя. Для этого 5,0 г неподвижной фазы растворяют в 150 см^3 хлороформа и добавляют 50,0 г твердого носителя. Хлороформ медленно выпаривают на водяной бане при температуре 60 °С—80 °С при непрерывном перемешивании.

Хроматографическую колонку заполняют приготовленной насадкой, устанавливают в термостат и, не присоединяя к детектору, кондиционируют при продувке газом-носителем. Кондиционирование начинают при 100 °С. Конечная температура кондиционирования должна превышать рабочую на 15 °С—20 °С. Температуру повышают постепенно, кондиционирование проводят до стабилизации нулевой линии при максимальной чувствительности прибора, но не менее 16 ч.

Допускается применение готовых твердых носителей с нанесенными жидкими фазами. Готовая хроматографическая колонка может входить в комплект поставки и устанавливаться непосредственно в хроматограф на предприятии-изготовителе.

Вывод газового хроматографа на рабочий режим осуществляют в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Условия хроматографического разделения должны обеспечивать определение примесей при их массовой доле в продукте не менее 0,01 %.

7.3.3 Проведение анализа

7.3.3.1 Анализируемую пробу в количестве около 2 г помещают в пенициллиновый флакон или виалу и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), с помощью капельницы добавляют внутренний эталон от 0,01 до 0,04 г (0,5—2,0 %), тщательно перемешивают и вводят микрошприцем в испаритель хроматографа установленный объем.

Порядок выхода компонентов указан на типовых хроматограммах (рисунки 1—3).

7.3.3.2 Режим работы хроматографа

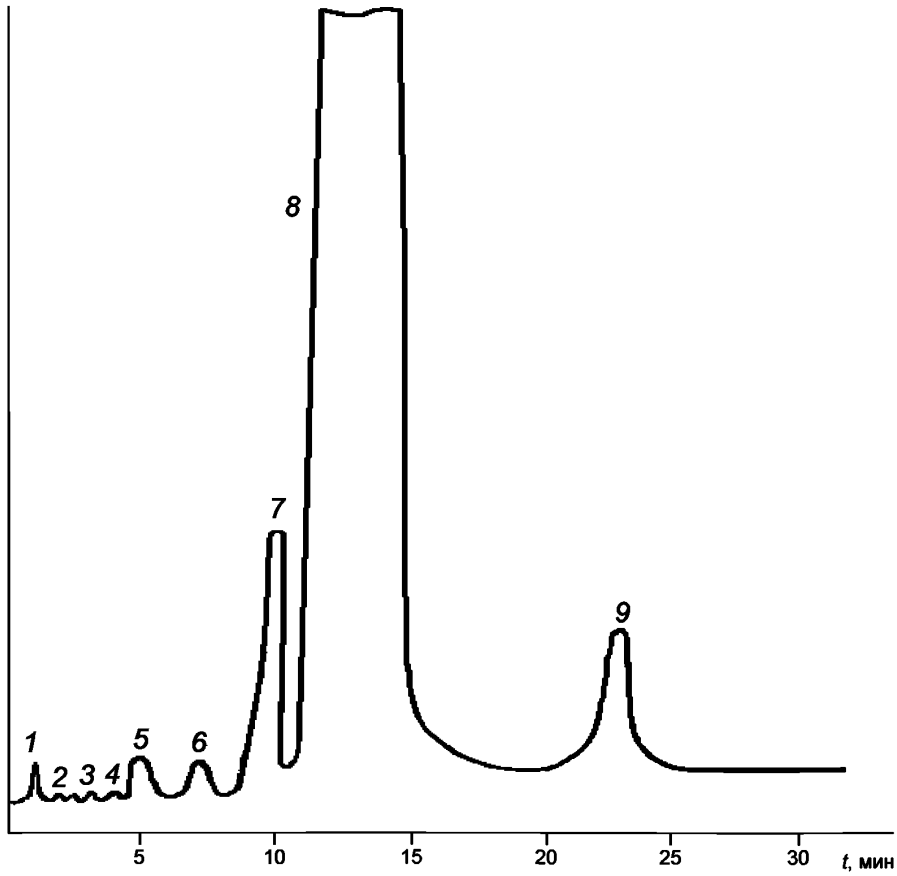
Температура термостата колонки, °С:

в изотермическом режим . . . . . 130—140

в режиме программирования . . . . . 80—180

скорость подъема температуры, °С/мин . . . . . 2—3

температура испарителя, °С . . . . . 250 ± 10

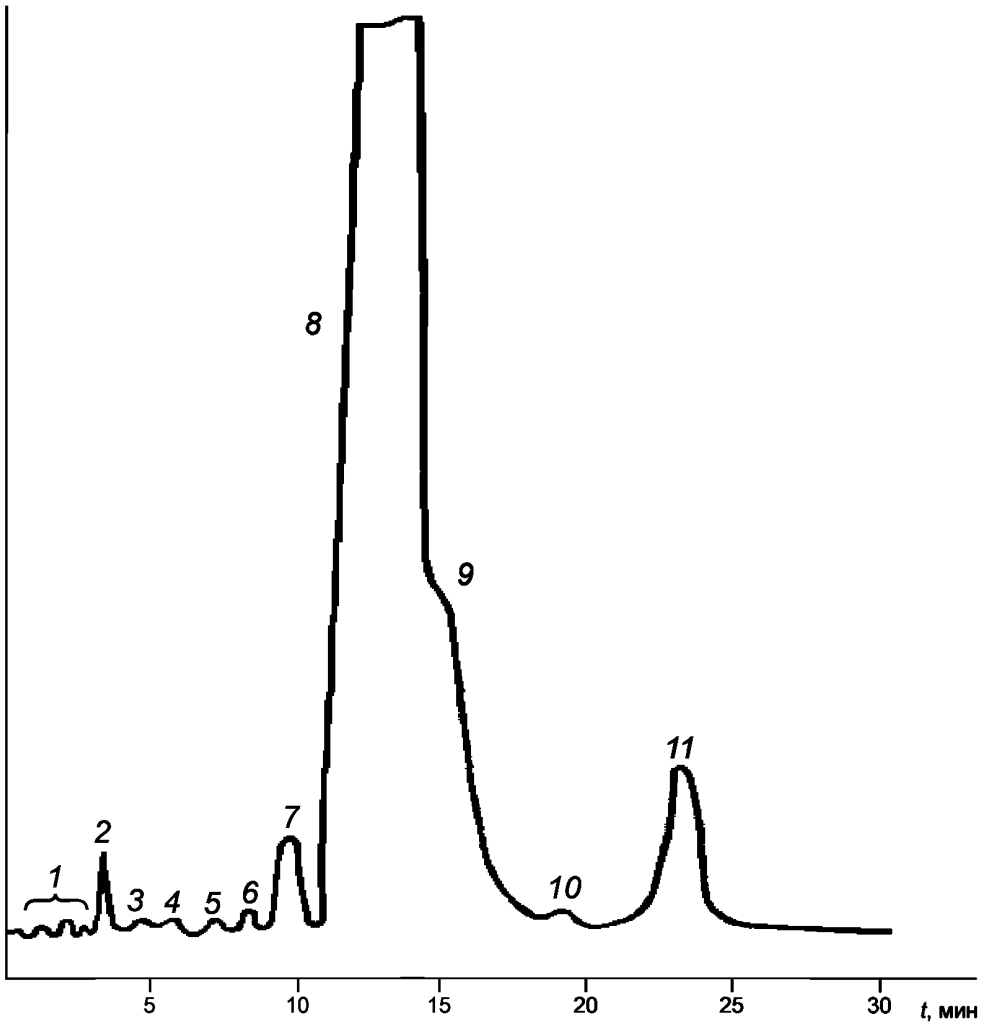


1 — парафиновые углеводороды C_8, *2,4,6* — неидентифицированные примеси; *3* — *н*-бутанол; *5* — 2-этилгексаналь; *7* — 2-этил-4-метилпентанол; *8* — 2-этилгексанол; *9* — *н*-ниловый спирт (внутренний эталон)

Рисунок 1 — Типовая хроматограмма технического 2-этилгексанола, получаемого из *н*-масляного альдегида

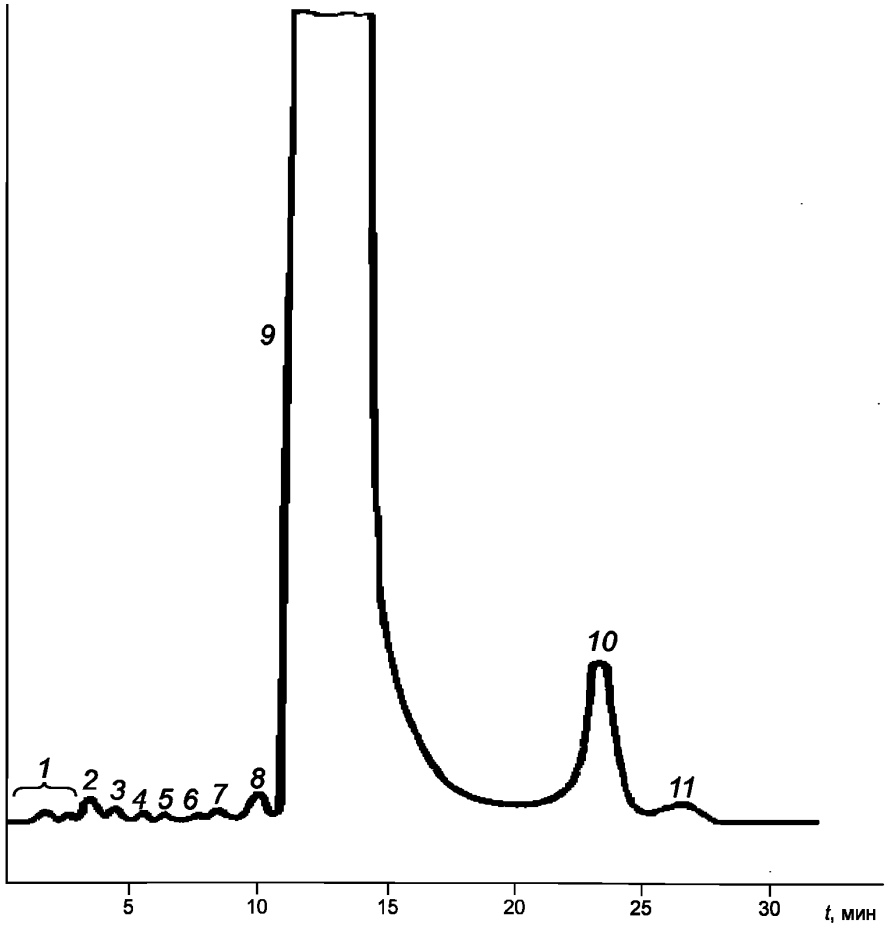
объемный расход газа-носителя, $см^3$/мин . . . . . 30—60
объем пробы, $мм^3$. . . . . до 1,0
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч . . . . . 200—240

При использовании других типов хроматографов условия проведения анализа должны быть подобраны с учетом особенностей прибора. При этом степень разделения компонентов должна быть не хуже, чем на типовых хроматограммах.



1 — парафиновые углеводороды C_8; *2* — *н*-бутанол; *3, 5* — неидентифицированные примеси; *4* — 2-этилгексаналь; *6* — 2-этилгексеналь; *7* — 2-этил-4-метилпентанол; *8* — 2-этилгексанол; *9,10* — 2-этилгексенолы; *11* — *н*-ниловый спирт (внутренний эталон)

Рисунок 2 — Типовая хроматограмма технического 2-этилгексанола, получаемого из *н*-бутилового спирта



1 — парафиновые углеводороды C_8; *2* — *н*-бутанол; *3, 6, 11* — неидентифицированные примеси; *4* — 2-этилгексаналь; *5* — 2-этилбутанол; *7* — 2-этилгексеналь; *8* — 2-этилгексенол; *9* — 2-этилгексанол; *10* — *н*-ниловый спирт (внутренний эталон)

Рисунок 3 — Типовая хроматограмма технического 2-этилгексанола, получаемого из уксусного альдегида

7.3.4 Обработка результатов

На хроматограмме измеряют площади пиков внутреннего эталона и примесей.

Площадь пика каждого компонента S_i, мм^2, вычисляют по формуле

$$S_i = h \cdot b, \quad (1)$$

где h — высота пика, мм;

b — ширина пика, мм.

Ширину пика измеряют измерительной лупой на середине его высоты от внешней линии правой стороны до внутренней линии левой стороны.

Высота пика соответствует отрезку от нулевой линии хроматограммы до вершины пика. Высоту измеряют линейкой.

Обработку результатов измерений допускается выполнять, используя программное обеспечение, входящего в комплект хроматографа персонального компьютера или интегратора, в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

Массовую долю каждой примеси и 2-этил-4-метилпентанола X_i, %, вычисляют по формуле

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

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

S_i — площадь пика, определяемой примеси, мм^2;

m — масса навески анализируемого продукта, г;

$S_{эт}$ — площадь пика внутреннего эталона, мм^2.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости.

Значение предела повторяемости r для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 2.

Массовую долю 2-этилгексанола X, %, вычисляют по формуле

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

где ΣX_i — сумма массовых долей всех примесей, %;

$X_в$ — массовая доля воды, определяемая по 7.7, %.

Таблица 2 — Диапазон измерений значения пределов повторяемости и воспроизводимости, показателя точности при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли	Суммарная стандартная относительная неопределенность u_c	Расширенная относительная неопределенность* U (при коэффициенте охвата $k = 2$)	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, при $P = 0,95$) r	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в разных лабораториях, при $P = 0,95$) R**
2-этилгексанол				
От 70,0 до 90,0 включ.	1,5	3	0,8	1
Св. 90,0 до 99,5 включ.	1,4	3	0,1	0,2
2-этил-4-метилпентанол				
От 0,01 до 0,10 включ.	9	18	13	25
Св. 0,10 до 1,0 включ.	4,5	9	9	12

* Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$.

** Результаты анализа на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики анализа. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в пятнадцати лабораториях, при разработке данной методики.

7.4 Определение кислотного числа

Метод заключается в титровании анализируемой пробы раствором гидроокиси калия в присутствии фенолфталеина.

7.4.1 Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Пипетка 2—2—50 по ГОСТ 29169.

Колба Кн—1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1—1—2—10(5)—0,02 по ГОСТ 29251.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Цилиндры мерные 1(3)—25—2 по ГОСТ 1770.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363 раствор молярной концентрации c (КОН) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.). Готовят раствор и определяют поправочный коэффициент — по ГОСТ 25794.3.

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

Секундомер или таймер.

Допускается использовать автоматический титратор, обеспечивающий правильность проведения определения и точность полученного результата.

7.4.2 Проведение анализа

25 см^3 этилового спирта помещают в коническую колбу и нейтрализуют его в присутствии фенолфталеина (2—3 капли) раствором гидроокиси калия до слабо розовой окраски. Затем к раствору пипеткой добавляют 50 см^3 анализируемого 2-этилгексанола и тщательно перемешивают. Полученный раствор титруют в присутствии 3—5 капель фенолфталеина раствором гидроокиси калия до появления слабо розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

7.4.3 Обработка результатов

Кислотное число 2-этилгексанола X_1, мг КОН/г, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V2{,}805}{50\rho}, \quad (4)$$

где V — объем раствора гидроокиси калия молярной концентрации точно c (КОН) = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

2,805 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси калия молярной концентрации точно c (КОН) = 0,05 моль/дм^3, мг;

50 — объем 2-этилгексанола, взятый для анализа, см^3;

ρ — плотность 2-этилгексанола, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости.

Значение предела повторяемости r для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Диапазон измерений значения пределов повторяемости и воспроизводимости, показателя точности при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений, мг КОН/г	Суммарная стандартная относительная неопределенность u_c	Расширенная относительная неопределенность* U, % (при коэффициенте охвата k = 2)	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, при P = 0,95) r	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в разных лабораториях, при P = 0,95) R**
От 0,0010 до 0,10 включ.	11	22	15	30
Св. 0,10 до 1,0 включ.	4,4	9	5	12

* Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.

** Результаты анализа на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики анализа. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в пятнадцати лабораториях, при разработке данной методики.

7.5 Определение массовой доли альдегидов и кетонов

Метод заключается в реакции присутствующих в анализируемой пробе альдегидов и кетонов с солянокислым гидроксиламином при кипячении, в результате которой образуются оксимы и соляная кислота.

Выделившуюся соляную кислоту титруют раствором гидроокиси натрия.

7.5.1 Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

pH-метр-иономер с диапазоном значений при измерении pH (pX) от минус 2 до плюс 20 ед. pH (pX).

Электроды: каломельный или хлорсеребряный и стеклянный.

Мешалка магнитная.

Секундомер или таймер.

Стакан В—1—150 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—2—50 по ГОСТ 29169.

Бюретки 1—1—2—5(10)–0,02, 1—1—2—10—0,05 по ГОСТ 29251.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн—1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—10—1 по ГОСТ 1770.

Холодильник ХШ—1—300—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, спиртовой раствор; готовят следующим образом: 7,0 г солянокислого гидроксиламина растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды и доводят объем раствора этиловым спиртом до 1 дм^3.

7.5.2 Проведение анализа

В коническую колбу с помощью пипетки наливают 50 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина и 50 см^3 анализируемого 2-этилгексанола. Содержимое колбы перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане с обратным холодильником в течение 30 мин. Затем содержимое колбы охлаждают, стенки холодильника ополаскивают 10 см^3 дистиллированной воды, колбу отсоединяют от холодильника. Содержимое колбы переносят в стакан для титрования, стенки колбы ополаскивают 10 см^3 дистиллированной воды и вливают в тот же стакан.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же количествами реактивов (без 2-этилгексанола) и измеряют pH контрольной пробы при помощи pH-метра.

Содержимое стакана с пробой титруют потенциометрически раствором гидроокиси натрия до pH контрольной пробы, непрерывно перемешивая магнитной мешалкой.

7.5.3 Обработка результатов

Массовую долю альдегидов и кетонов в пересчете на 2-этилгексаналь X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V 0{,}0128 \cdot 100}{50\rho}, \qquad (5)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

0,0128 — масса 2-этилгексаналя, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3,г;

50 — объем 2-этилгексанола, взятый для анализа, см^3;

ρ — плотность 2-этилгексанола, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости.

Значение предела повторяемости r для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости, показателя точности при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли	Суммарная стандартная относительная неопределенность u_c	Расширенная относительная неопределенность* U (при коэффициенте охвата k = 2)	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, при P = 0,95) r	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в разных лабораториях, при P = 0,95) R**
От 0,0010 до 1,0 включ.	5,4	11	10	15

* Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.

** Результаты анализа на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики анализа. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в пятнадцати лабораториях, при разработке данной методики.

7.6 Определение массовой доли непредельных соединений

Метод заключается во взаимодействии брома с ненасыщенными соединениями, содержащимися в анализируемой пробе, и определении их содержания путем титрования избытка брома, не вступившего в реакцию, тиосульфатом натрия.

7.6.1 Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Пипетки 1-2-2, 1-2-25 по ГОСТ 29169.

Пипетка 1-1-1-5 по ГОСТ 29227.

Бюретки 1-1-2-5(10)-0,02, 1-1-2-10-0,05 по ГОСТ 29251.

Колбы Кн-1-100-19/26 ТС, Кн-1-100(250)-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-5(10, 25, 100)-1 или 3-25(100)-1 по ГОСТ 1770.

Баня ледяная, обеспечивающая охлаждение не выше 0 °С.

Секундомер или таймер.

Термометр типа ТЛ-2 или термометр типа ТМ-7 по ГОСТ 112, с ценой деления 1 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х ч. ледяная.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 5 %; готовят следующим образом: 5,00 г иодида калия растворить в 95 см^3 свежепрокипяченой воды, применяют свежеприготовленный.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят по ГОСТ 4919.1, свежеприготовленный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 свежеперегнанная.

Растворитель — углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288, спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта или хлороформ очищенный по ГОСТ 20015.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457 раствор молярной концентрации c (1/6 $KBrO_3$) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Допускается использовать автоматический титратор, обеспечивающий правильность проведения анализа и точность полученного результата.

7.6.2 Проведение анализа

7.6.2.1 Метод обратного титрования

Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 25 см^3 уксусной кислоты, 10 см^3 растворителя, 2 см^3 соляной кислоты и 25 см^3 анализируемого 2-этилгексанола. Содержимое колбы тщательно перемешивают и оставляют на 10 мин при температуре не выше 0 °С. Затем в колбу добавляют 3 см^3 раствора бромноватокислого калия, быстро закрывают ее пробкой и встряхивают содержимое в течение 1 мин. Слегка приоткрывают пробку и быстро вливают в колбу 5 см^3 йодистого калия, закрывают пробкой и перемешивают содержимое колбы энергичным встряхиванием. Добавляют 100 см^3 воды и опять энергично встряхивают в течение 1 мин, затем содержимое колбы титруют раствором тиосульфата натрия. При изменении цвета жидкости в колбе на светло-желтый цвет прибавляют 1 см^3 раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов (без 2-этилгексанола) проводят контрольный опыт.

Обработка результатов

Массовую долю непредельных соединений в пересчете на 2-этилгексеналь X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1)0{,}00315 \cdot 100}{25\rho}, \qquad (6)$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

0,00315 — масса 2-этилгексеналя, соответствующая 1 см^3 раствора бромноватокислого калия молярной концентрации точно c (1/6 $KBrO_3$) = 0,05 моль/дм^3, г;

25 — объем 2-этилгексанола, взятый для анализа, см^3;

ρ — плотность 2-этилгексанола, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 % при доверительной вероятности P = 0,95.

7.6.2.2 Метод прямого титрования

Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают с помощью пипетки 25 см^3 анализируемого 2-этилгексанола, добавляют 25 см^3 этилового спирта, 2 см^3 соляной кислоты и охлаждают содержимое колбы в ледяной бане в течение 3 мин.

Затем титруют из бюретки при перемешивании раствором бромноватокислого калия до появления желтого окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов (без 2-этилгексанола) проводят контрольный опыт.

Обработка результатов

Массовую долю непредельных соединений в пересчете на 2-этилгексеналь X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1)0{,}00315 \cdot 100}{25\rho}, \qquad (7)$$

где V — объем раствора бромноватокислого калия молярной концентрации точно c (1/6 $KBrO_3$) = = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

V_1 — объем раствора бромноватокислого калия молярной концентрации точно c (1/6 $KBrO_3$) = = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

0,00315 — масса 2-этилгексеналя, соответствующая 1 см^3 раствора бромноватокислого калия молярной концентрации точно c (1/6 $KBrO_3$) = 0,05 моль/дм^3, г;

25 — объем 2-этилгексанола, взятый для анализа, см^3;

ρ — плотность 2-этилгексанола, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости.

Значение предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Диапазон измерений значения пределов повторяемости и воспроизводимости, показателя точности при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли	Суммарная стандартная относительная неопределенность u_c	Расширенная относительная неопределенность* U (при коэффициенте охвата k = 2)	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, при P = 0,95) r	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, при P = 0,95) R**
От 0,0010 до 0,10 включ.	5,5	11	10	15
Св. 0,10 до 1,0 включ.	3,5	8	6	11

* Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.

** Результаты анализа на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики анализа. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в пятнадцати лабораториях, при разработке данной методики.

7.6.2.3 При разногласиях в оценке массовой доли непредельных соединений анализ проводят методом обратного титрования.

7.7 Определение массовой доли воды

Метод заключается во взаимодействии йода с сернистым ангидридом в присутствии воды с образованием йодистоводородной кислоты и серного ангидрида в среде метанола и пиридина.

7.7.1 Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Титратор автоматический для определения воды волюмометрическим методом с реактивом Фишера.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Цилиндры 3-50-2, 3-250-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Шприцы инъекционные однократного применения типа «Луер», вместимостью 1; 2; 5; 10 $см^3$ или шприцы Hamilton, вместимостью 1 и 10 $см^3$.

Бутыль из темного стекла с пробкой, вместимостью 1 $дм^3$.

Метанол-яд по ГОСТ 6995, х ч.

Реактив Фишера; готовят по ГОСТ 14870 (приложение 1, 1.3) в виде двух отдельных растворов — раствор 1 и раствор 2.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.7.2 Подготовка к анализу

7.7.2.1 Подготовка титратора к работе

Титратор готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.7.2.2 Приготовление реактива Фишера

В бутыль из темного стекла с помощью цилиндров вносят растворы реактива Фишера 1 и 2 в объемном соотношении 1:2,17. Полученную смесь оставляют в темном месте на 24 ч, затем устанавливают титр смеси, значение которого должно составлять около 4 $мг/см^3$.

7.7.2.3 Установка титра реактива Фишера по навеске воды

Обезвоживание метанола (предтитрование)

Ячейку для титрования заполняют метанолом до минимальной отметки и титруют приготовленным реактивом Фишера, то есть проводят стадию предтитрования. По окончанию предтитрования прибор переходит в режим ожидания, после чего проводят титрование навески воды.

Примечание — Если предтитрование продолжается больше установленного времени, указанного в руководстве по эксплуатации автоматического титратора, необходимо проверить соединения всех узлов ячейки для титрования с целью исключения попадания влаги из воздуха или проверить качество метанола. Если массовая доля воды в метаноле превышает 0,05 %, то необходимо провести обезвоживание метанола по ГОСТ 14870 (приложение 1, 1.2.1).

7.7.2.4 Титрование навески воды

Отмеривают шприцем 0,2 $см^3$ воды и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). В обезвоженный метанол через герметизирующую прокладку вводят в ячейку для титрования одну каплю воды (примерно 0,01 г) и снова взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). По разности масс устанавливают массу капли. Автоматически титруют реактивом Фишера.

Вычисляют титр реактива Фишера T — массу воды в миллиграммах, соответствующую 1 $см^3$ реактива Фишера, мг $H_2O/см^3$, по формуле

$$T = \frac{m \cdot 1000}{V}, \quad (8)$$

где m — масса навески воды, г;

V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, $см^3$.

За результат определения титра принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает 0,3 $мг/см^3$.

Титр реактива Фишера проверяют не реже, чем через каждые 48 ч. При хранении титр реактива Фишера уменьшается, и если титр становится менее 2 $мг/см^3$, следует заменить его свежеприготовленным.

7.7.3 Проведение анализа

Пробу анализируемого продукта тщательно перемешивают и, в зависимости от предполагаемого содержания воды в продукте, предварительно взвешенным шприцем, отбирают количество пробы в соответствии с таблицей 6. Шприц с пробой снова взвешивают, записывают показания весов. Навеску пробы вводят через герметичную прокладку в ячейку для титрования. Взвешивают шприц после введения пробы. Массу навески пробы определяют по разности масс шприца с пробой и шприца после загрузки навески пробы в титратор. Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Таблица 6

Ожидаемое значение массовой доли воды, %	Масса навески, г
От 0,01 до 0,10	5,0—10,0
Св. 0,10 до 1,00	2,0—5,0
Св. 1,00 до 5,00	0,6—2,0

При проведении процедуры взвешивания можно использовать функцию тарирования весов. Навеску пробы вводят через герметизирующую прокладку в ячейку для титрования и автоматически титруют реактивом Фишера.

7.7.4 Обработка результатов

Массовую долю воды X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{1000 \cdot m_1}, \quad (9)$$

где V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр реактива Фишера, мг/см^3;

m_1 — масса навески анализируемого продукта, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости.

Значения предела повторяемости r для двух результатов параллельных определений указаны в таблице 7.

Таблица 7 — Диапазон измерений значения пределов повторяемости и воспроизводимости, показателя точности при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли	Суммарная стандартная относительная неопределенность u_c	Расширенная относительная неопределенность* U (при коэффициенте охвата $k = 2$)	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, при $P = 0,95$) r	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в разных лабораториях, при $P = 0,95$) R**
От 0,0010 до 0,050 включ.	9	18	11	25
Св. 0,050 до 5,0 включ.	4	8	6	11

* Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$.

** Результаты анализа на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики анализа. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в пятнадцати лабораториях, при разработке данной методики.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Технический 2-этилгексанол транспортируют железнодорожным или автомобильным транспортом* в соответствии с правилами перевозки грузов, действующих на каждом виде транспорта.

Технический 2-этилгексанол транспортируют в вагонах-цистернах грузоотправителя (грузополучателя) или арендованных в соответствии с правилами [2], и в автоцистернах.

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

* На территории Российской Федерации действуют «Правила перевозок грузов автомобильным транспортом», утвержденные Постановлением Правительства Российской Федерации от 15 апреля 2011 г. № 272.

Загрузочный люк цистерны закрывают крышкой с уплотнительной прокладкой и пломбируют металлической пломбой по ГОСТ 18677 или ГОСТ 18680.

8.2 Технический 2-этилгексанол, упакованный в бочки, транспортируют повагонно в крытых железнодорожных вагонах и автомобильным транспортом.

8.3 Технический 2-этилгексанол хранят в специально оборудованных металлических резервуарах. Бочки с продуктом хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях, под навесом или на складской площадке с соблюдением правил хранения горючих веществ.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие технического 2-этилгексанола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения — один год со дня изготовления.

Приложение А
(справочное)

Перечень нормативных документов, действующих в Российской Федерации

1	Гигиенические нормативы ГН 2.2.5.1313—03	Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
2	Гигиенические нормативы ГН 2.1.5.1315—03	Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования
3	Нормативы качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативы предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектов рыбохозяйственного значения. Утверждены Приказом Росрыболовства от 18 января 2010 г. № 20	
4	Гигиенические нормативы ГН 2.1.6.1338—03	Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест
5	Санитарные правила и нормы СанПиН 2.1.7.1322—03	Гигиенические требования к размещению и обезвреживанию отходов производства и потребления

Библиография

[1] АСТМ Д 4052-11 Стандартный метод определения плотности, относительной плотности, плотности в градусах API жидкостей с помощью цифрового денситометра

(ASTM D 4052-11) (Standard Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter)*

[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

* Официальный перевод этого стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

УДК 661.715.332:006.354 МКС 71.080.60

Ключевые слова: 2-этилгексанол, технические требования, требования безопасности, требования охраны окружающей среды, упаковка, маркировка, транспортирование, хранение

Редактор *И.А. Косоруков*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 13.05.2016. Подписано в печать 20.05.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,25. Тираж 35 экз. Зак. 1316.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru