МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЭТИЛЕНГЛИКОЛЬ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2008

НПП СПЕЦАВИА

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.07.83 № 3432**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19710—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.005—88	2.2	ГОСТ 14870—77	4.8
ГОСТ 12.4.034—2001	2.5	ГОСТ 18300—87	4.4.1; 4.9.1
ГОСТ 427—75	4.4.1	ГОСТ 18995.2—73	4.10
ГОСТ 1770—74	4.5.2.1; 4.7.1; 4.9.1	ГОСТ 19433—88	3.1; 5.3
ГОСТ 2517—85	4.1	ГОСТ 19908—90	4.6
ГОСТ 2603—79	4.4.1	ГОСТ 20015—88	4.4.1
ГОСТ 2768—84	4.4.1	ГОСТ 21029—75	5.1
ГОСТ 3022—80	4.4.1	ГОСТ 21140—88	5.6
ГОСТ 3118—77	4.5.2.1	ГОСТ 21650—76	5.6
ГОСТ 4328—77	4.9.1	ГОСТ 24104—88	4.4.1; 4.9.1
ГОСТ 4517—87	4.9.1	ГОСТ 24597—81	5.6
ГОСТ 4919.1—77	4.9.1	ГОСТ 25336—82	4.4.1; 4.5.2.1; 4.9.1
ГОСТ 6247—79	5.1	ГОСТ 25706—83	4.4.1
ГОСТ 6563—75	4.6	ГОСТ 25794.1—83	4.9.1
ГОСТ 6613—86	4.4.1	ГОСТ 26155—84	5.1
ГОСТ 6709—72	4.4.1; 4.11.1	ГОСТ 26319—84	5.4
ГОСТ 8751—72	4.4.1	ГОСТ 26663—85	5.6
ГОСТ 9147—80	4.4.1	ГОСТ 27025—86	4.3
ГОСТ 9293—74	4.4.1	ГОСТ 27184—86	4.6
ГОСТ 9557—87	5.6	ГОСТ 29131—91	4.5.1; 4.5.2.2
ГОСТ 10136—77	4.4.1	ТУ 6—09—3331—78	4.4.1
ГОСТ 10555—75	4.7.1	ТУ 51—940—80	4.4.1
ГОСТ 13950—91	5.1		
ГОСТ 14192—96	5.3		

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 18.06.92 № 552**

6. **ИЗДАНИЕ (декабрь 2005 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в апреле 1985 г., декабре 1988 г., июне 1992 г. (ИУС 7—85, 3—89, 9—92)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 26.01.2006. Формат 60×84$^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,25. Тираж 13 экз. Зак. 30. С 2405.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ».

НПП СПЕЦАВИА

УДК 661.725.812:006.354 Группа Л21

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЭТИЛЕНГЛИКОЛЬ

Технические условия

ГОСТ 19710—83

Ethylene glycol.
Specifications

МКС 71.080.60
ОКП 24 2212

Дата введения 01.07.84

Настоящий стандарт распространяется на этиленгликоль, получаемый гидратацией окиси этилена, и устанавливает требования к этиленгликолю, изготовляемому для нужд народного хозяйства и экспорта.

Этиленгликоль применяют в производстве синтетических волокон, смол, растворителей, низкозамерзающих и гидравлических жидкостей и для других целей.

По внешнему виду этиленгликоль представляет собой прозрачную жидкость.

Формула: $HOCH_2CH_2OH$

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 62,07.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям этиленгликоль должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Высший сорт ОКП 24 2212 0120	1-й сорт ОКП 24 2212 0130
1. Массовая доля этиленгликоля, %, не менее	99,8	98,5
2. Массовая доля диэтиленгликоля, %, не более	0,05 (0,10)	1,0
3. Цвет в единицах Хазена, не более:		
в обычном состоянии	5	20
после кипячения с соляной кислотой	20	Не нормируется
4. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,001	0,002
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,00001	0,0005
6. Массовая доля воды, %, не более	0,1	0,5
7. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную, %, не более	0,0006 (0,001)	0,005
8. Показатель преломления при 20 °С	1,431—1,432	1,430—1,432
9. Пропускание в ультрафиолетовой области спектра, %, не менее, при длинах волн, нм:		
220	75	Не нормируется
275	95	То же
350	100	*

Примечание. Допускалось выпускать продукт с нормой, указанной в скобках, до 01.07.91.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983
© Стандартинформ, 2006

НПП СПЕЦАВИА

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Этиленгликоль обладает наркотическим действием. При попадании внутрь может вызвать хроническое отравление с поражением жизненно важных органов (действует на сосуды, почки, нервную систему). Этиленгликоль может проникать через кожные покровы.

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

2.1; 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

2.3. Этиленгликоль горюч. Температура вспышки паров 120 °С. Температура самовоспламенения 380 °С. Температурные пределы воспламенения паров в воздухе, °С:

нижний 112,

верхний 124.

Пределы воспламенения паров в воздухе, % (по объему):

нижний 3,8,

верхний 6,4.

2.4. Помещения, в которых проводятся работы с этиленгликолем, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Оборудование должно быть герметичным.

2.5. Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой согласно отраслевым нормам и средствами защиты: фартук из пленочной ткани, резиновые перчатки и сапоги, противогаз по ГОСТ 12.4.034 или марки БКФ.

2.6. Доврачебная помощь. При попадании продукта в организм человека через рот необходимо промыть желудок обильным количеством воды или насыщенным раствором питьевой соды, обеспечить пострадавшему покой, тепло и немедленно доставить в медсанчасть.

2.7. Этиленгликоль, пролитый на землю или оборудование, необходимо смыть обильной струей воды.

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

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

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

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

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

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта и его сорт;

номер партии и дату изготовления;

номера цистерн, входящих в партию;

массу нетто и брутто;

количество грузовых мест в партии;

классификационный шифр 6162 по ГОСТ 19433;

результаты проведенных анализов или подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта;

подтверждение о нанесении на упаковку знака опасности по ГОСТ 19433;

обозначение настоящего стандарта.

При поставке продукции на экспорт партией считают каждую цистерну.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Для проверки качества этиленгликоля отбирают пробы из 2 % бочек, но не менее чем из двух бочек, или из каждой четвертой цистерны одной партии, но не менее чем из двух цистерн.

Допускается у изготовителя отбор проб из хранилища.

3.3. Цветность после кипячения с соляной кислотой определяют только для этиленгликоля, предназначенного для производства синтетических волокон и смол для пленок.

3.4. Массовую долю железа и массовую долю остатка после прокаливания изготовитель определяет периодически, не реже одного раза в квартал.

3.5. Показатель преломления изготовитель определяет по требованию потребителя.

НПП СПЕЦАВИА

3.6. Пропускание в ультрафиолетовой области спектра определяют только в этиленгликоле, предназначенном для экспорта.

3.7. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ по всем показателям на удвоенной выборке бочек и цистерн, взятых от той же партии, или вновь отобранной пробе из хранилища. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3.2—3.7. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Точечные пробы для анализа отбирают по ГОСТ 2517.

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Точечные пробы соединяют, перемешивают и объединенную пробу помещают в склянку с пришлифованной пробкой или в банку с навинчивающейся крышкой.

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

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

4.3. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

Допускается использование аппаратуры с техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

Результаты анализа округляют до того десятичного знака, который указан в таблице технических требований.

4.4. Определение массовой доли этиленгликоля и диэтиленгликоля

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

Массовые доли диэтиленгликоля и триэтиленгликоля определяют методом газовой хроматографии в изотермическом режиме с использованием колонки I или колонки II. Определение проводят методом «внутреннего эталона».

4.4.1. Аппаратура, реактивы

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

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

Весы лабораторные 2-го и 3-го классов точности по ГОСТ 24104* с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427 с ценой деления 1 мм.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в интервале от 40 °С до 60 °С, от 140 °С до 200 °С.

Секундомер.

Лупа типа ЛИ по ГОСТ 25706 с ценой деления 0,1 мм.

Интегратор электронный.

Микрошприц МШ-10.

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

Воронка типа ВФО по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336 типа СВ.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147 № 4 или № 5.

Сито с сетками 025 и 05 по ГОСТ 6613.

Полисорб-1 с частицами размером 0,250—0,315 мм или инертон супер с частицами размером 0,16—0,20 или 0,250—0,315 мм. Допускается применение других твердых носителей, обеспечивающих разделение и определение массовой доли примесей с погрешностью не более чем на указанных твердых носителях.

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

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

НПП СПЕЦАВИА

Гелий газообразный марки А по ТУ 51—940 или азот газообразный по ГОСТ 9293.

Водород технический марки А или Б по ГОСТ 3022 или водород электролизный от генератора СГС-2.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Хлороформ фармакопейный или по ГОСТ 20015.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Ацетон по ГОСТ 2603 или ацетон технический по ГОСТ 2768.

Эфир этиловый.

Нонанол-1, ч., по ТУ 6—09—3331.

Диэтиленгликоль по ГОСТ 10136 высшего сорта.

Триэтиленгликоль с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Спирт бензиловый по ГОСТ 8751, ч.

Этиленгликоль по настоящему стандарту высшего сорта.

4.2—4.4.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

4.4.2. Подготовка к анализу

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.2.1. Приготовление насадки и заполнение хроматографической колонки

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

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

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

Затем в колонку вносят небольшими порциями насадку и уплотняют ее с помощью вибратора (или постукиванием) и водоструйного насоса, подсоединенного к противоположному от ввода насадки концу колонки. Концы заполненной колонки закрывают стекловатой или стеклотканью. Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа, не присоединяя к детектору, и продувают ее газом-носителем в течение 8—10 ч, постепенно повышая температуру от комнатной до 200 °С, затем в течение 18—20 ч при 200 °С.

Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

4.4.2.2. Режим градуировки и работы хроматографа

Хроматографический анализ и градуировку прибора проводят при следующих условиях:

	Колонка I	Колонка II
Объемный расход газа-носителя, $см^3$/мин	30—35	35
Соотношение объемных расходов газа-носителя и водорода	1:1	1:1
Соотношение объемных расходов газа-носителя и воздуха	1:10	1:10
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	240	240—600
Температура термостата колонок, °С	190—200	140
Температура испарителя, °С	290	290
Температура термостата детектора, °С	300	300

НПП СПЕЦАВИА

	Колонка I	Колонка II
Шкала записи хроматограммы:		
А	$10 \cdot 10^{-10}$, $2 \cdot 10^{-10}$	$20 \cdot 10^{-10}$, $50 \cdot 10^{-10}$, $2 \cdot 10^{-10}$
Ом	$8 \cdot 10^{8}$ $2 \cdot 10^{8}$ 1	$16 \cdot 10^{8}$ $2 \cdot 10^{8}$ 1
Объем вводимой пробы, мм^3		
Число эффективных теоретических тарелок хроматографической колонки	≥ 300	≥ 700

Число эффективных теоретических тарелок (N) вычисляют по формуле

$$N = 5{,}54\left(\frac{l}{\mu_{0,5}}\right)^2,$$

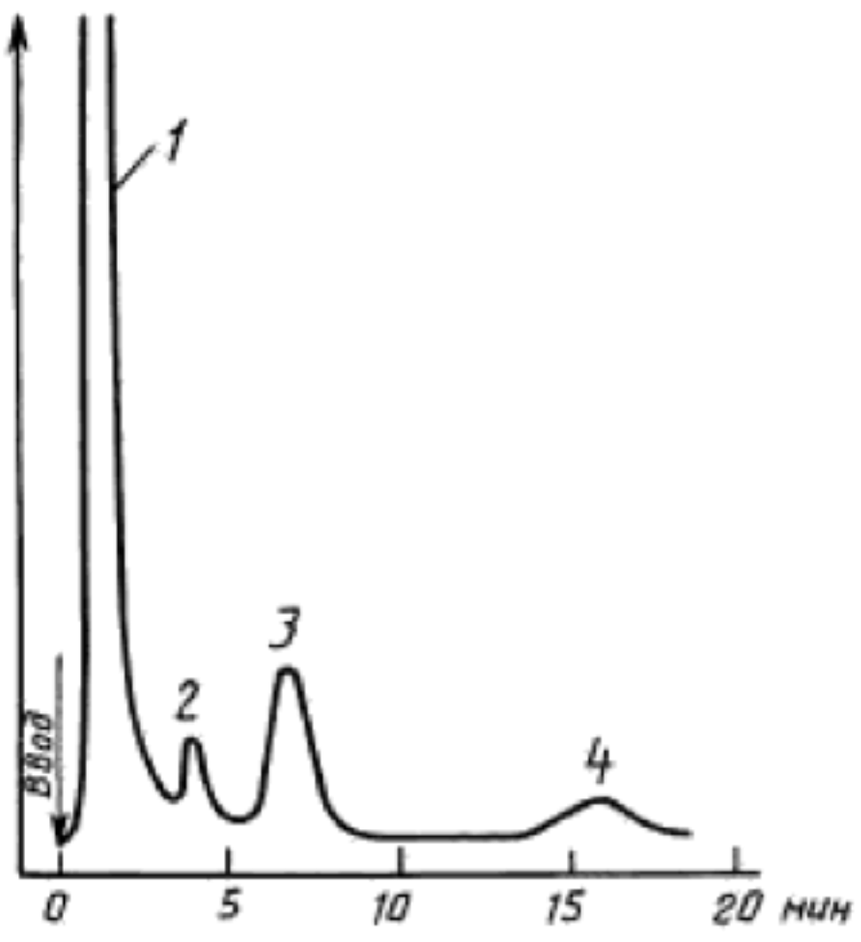
где l — расстояние на хроматограмме от точки ввода пробы до максимума пика диэтиленгликоля, см;

$\mu_{0,5}$ — ширина пика диэтиленгликоля на половине его высоты, см.

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

Типовые хроматограммы этиленгликоля с использованием колонок I и II приведены на черт. 1 и 2 соответственно. Методика с использованием колонки I является арбитражной.

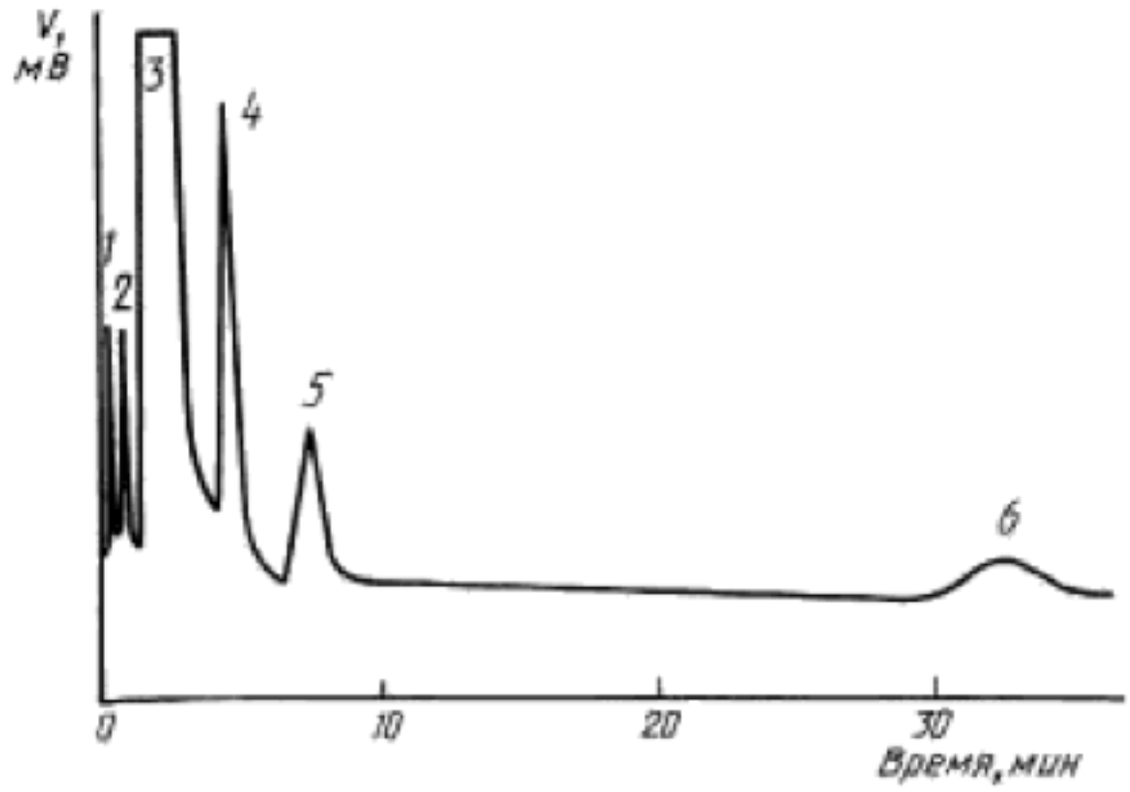
Типовая хроматограмма этиленгликоля с использованием колонки I



1 — этиленгликоль, *2* — диэтиленгликоль; *3* — нонанол-1; *4* — триэтиленгликоль

НПП СПЕЦАВИА

Типовая хроматограмма этиленгликоля с использованием колонки II



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

Черт. 2

4.4.3. Градуировка хроматографа

Массовую долю органических примесей в этиленгликоле определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов. В качестве «внутреннего эталона» для колонки I используют нонанол-1, для колонки II — бензиловый спирт. Градуирование хроматографа осуществляют по 4—5 градуировочным смесям, приготовленным гравиметрическим способом.

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

Смесь перемешивают, отбирают микрошприцем не менее двух раз необходимый объем и вводят в испаритель хроматографа для проверки хроматографической чистоты этиленгликоля. Далее к этой смеси добавляют 0,05 %—1,0 % диэтиленгликоля и триэтиленгликоля.

Полученную градуировочную смесь перемешивают и хроматографируют не менее двух раз.

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

Градуировочный коэффициент (K_j) вычисляют по формуле

$$K_j = \frac{m_j \; S_{эт2}}{m_{эт} \; S_j},$$

где

$$S_j = S_{j2} - S_{j1}\left(\frac{S_{эт2}}{S_{эт1}}\right);$$

m_j, $m_{эт}$ — массы определяемого компонента и «внутреннего эталона» соответственно, введенные в градуировочную смесь, г;

$S_{эт2}$, $S_{эт1}$ — площади пика «внутреннего эталона» на хроматограмме градуировочной смеси и исходного этиленгликоля соответственно, мм^2;

S_{j2}, S_{j1} — площади пика определяемого компонента на хроматограмме градуировочной смеси и исходного этиленгликоля соответственно, мм^2.

При отсутствии определяемых примесных компонентов в этиленгликоле, используемом для приготовления градуировочных смесей, принимают $S_j = S_{j2}$.

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

НПП СПЕЦАВИА

Допускается определять площадь пика с помощью электронного интегратора.

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

Градуировку хроматографа проводят после проведения около 400 анализов, а также при смене насадки и изменении условий хроматографического определения.

4.4.4. Проведение анализа

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

4.4.5. Обработка результатов

Массовую долю определяемой примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i \ S_i \ m_{эт} \ 100}{S_{эт} \ m},$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;
S_i — площадь пика определяемой примеси, мм^2;
$m_{эт}$ — масса навески «внутреннего эталона», г;
$S_{эт}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм^2;
m — масса навески этиленгликоля, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений диэтиленгликоля, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,02 % для продукта высшего сорта и 0,15 % для продукта первого сорта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения диэтиленгликоля ±0,01 % и ±0,15 %, этиленгликоля ±0,02 % и ±0,17 % для продуктов высшего и первого сортов соответственно при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Массовую долю этиленгликоля (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100—(\Sigma X_i + X_в),$$

где ΣX_i — сумма массовых долей диэтиленгликоля и триэтиленгликоля, %;
$X_в$ — массовая доля воды, определяемая по п. 4.8, %.

4.4.2.1—4.4.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

4.5. Определение цвета в единицах Хазена

4.5.1. Цвет в обычном состоянии определяют по ГОСТ 29131.

4.5.2. Определение цвета в единицах Хазена после кипячения с соляной кислотой

4.5—4.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.5.2.1. Аппаратура, реактивы

Коническая колба по ГОСТ 25336.

Холодильник по ГОСТ 25336.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3.

Пипетка вместимостью 1 см^3.

Секундомер.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

4.5.2.2. Проведение анализа

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

Колбу охлаждают до комнатной температуры.

Допускается для сокращения времени анализа охлаждать колбу водой, а затем на воздухе до комнатной температуры.

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

4.6. Определение массовой доли остатка после прокаливания

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

НПП СПЕЦАВИА

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не превышает:

для высшего сорта — 0,0003 %;

для первого сорта — 0,0006 %

при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения ±0,0006 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Остаток после прокаливания используют для определения массовой доли железа.

4.5.2.1—4.6. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

4.7. Определение массовой доли железа

4.7.1. Массовую долю железа определяют по ГОСТ 10555 фотометрически сульфосалицилово-вым методом. При этом к остатку, полученному после прокаливания (п. 4.6), прибавляют 5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и нагревают до полного растворения осадка (раствор А).

Для продукта высшего сорта полученный раствор (раствор А) переносят количественно в мерную колбу исполнения 1 или 2 вместимостью 50 см³ по ГОСТ 1770, прибавляют 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и перемешивают. Затем прибавляют 6 см³ раствора аммиака и далее определяют по ГОСТ 10555.

Для продукта первого сорта раствор А переносят количественно в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор Б).

1 см³ полученного раствора (раствор Б) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и перемешивают. Затем прибавляют 5 см³ раствора аммиака и далее определяют по ГОСТ 10555.

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

4.7, 4.7.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.7.2. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_1) в процентах вычисляют по формулам:

для продукта высшего сорта

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000};$$

для продукта первого сорта

$$X_1 = \frac{m \cdot 50 \cdot 100}{m_1 \cdot 1000},$$

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

m_1 — масса навески продукта, взятая для определения остатка после прокаливания (п. 4.6), г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не превышает:

для продукта высшего сорта — 0,000003 %;

для продукта первого сорта — 0,00015 %

при доверительной вероятности $P = 0,95$.

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

4.8. Определение массовой доли воды

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

При титровании используют бюретки исполнения 7 вместимостью 3 или 10 см³.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое, равное 0,01 % для продукта высшего сорта и 0,05 % для продукта первого сорта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения ±0,01 % для продукта высшего сорта и ±0,05 % для продукта первого сорта при доверительной вероятности $P = 0,95$.

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

4.7.2, 4.8. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

НПП СПЕЦАВИА

4.9. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту
(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.9.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные 3-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Секундомер.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3.

Бюретка исполнения 1 или 2 вместимостью 2 или 5 см^3.

Коническая колба вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

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

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

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.9.2. Проведение анализа

99,50—100,50 г анализируемого продукта помещают в коническую колбу, прибавляют 100 см^3 воды, 3—5 капель раствора бромтимолового синего и титруют раствором гидроокиси натрия до появления синей окраски, устойчивой в течение 30 с.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольное титрование.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.9.3. Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту (X_2) в процентах вычисляют по формуле

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

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 концентрации точно 0,01 моль/дм^3, г;

m — масса навески анализируемого продукта, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое, равное 0,0002 % для высшего сорта и 0,001 % для первого сорта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения ±0,0002 % для высшего сорта и ±0,001 % для первого сорта при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.10. Определение показателя преломления

Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2.

4.11. Определение пропускания в ультрафиолетовой области спектра

4.11.1. Аппаратура, реактивы

Спектрофотометр любого типа, позволяющий измерить пропускание в диапазоне 210—370 нм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.10—4.11.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.11.2. Проведение анализа

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

За результат анализа принимают результат одного определения. Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения ±1,1 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

НПП СПЕЦАВИА

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Этиленгликоль заливают в алюминиевые бочки по ГОСТ 21029 типа 1 вместимостью 110 и 275 дм^3 или в бочки из коррозионно-стойкой стали по ГОСТ 26155 вместимостью 110—250 дм^3.

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

5.2. Бочки перед заполнением продуктом должны быть промыты и высушены.

5.3. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Герметичная упаковка», знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6а, классификационный шифр 6162) и серийного номера ООН 2810.

Маркировка упакованной продукции должна содержать следующие дополнительные данные:

наименование предприятия-изготовителя и (или) товарный знак;

наименование продукта и его сорт;

номер партии и дату изготовления;

массу брутто и нетто;

знак опасности по ГОСТ 19433;

обозначение настоящего стандарта.

5.4. Упаковка продукта для экспорта должна соответствовать ГОСТ 26319 и требованиям настоящего стандарта.

Маркировка должна соответствовать рекомендациям по перевозке опасных грузов ООН и правилам перевозок грузов на данном виде транспорта.

5.1—5.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

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

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

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

По согласованию с потребителем — в специально выделенных железнодорожных цистернах с верхним сливом и цистернах изготовителя (потребителя) с котлами из углеродистой стали.

Наливные люки цистерн и горловины бочек закрывают крышками, которые герметизированы прокладками, и пломбируют.

Прокладки изготовляют из материала, стойкого к воздействию продукта.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

5.6. Этиленгликоль в бочках вместимостью 100 дм^3 транспортируют в пакетированном виде в соответствии с требованиями ГОСТ 26663, ГОСТ 21140, ГОСТ 21650, ГОСТ 24597 на плоских деревянных поддонах по ГОСТ 9557.

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

Этиленгликоль в бочках хранят в крытых неотапливаемых складских помещениях.

Не допускается хранение продукта высшего сорта в бочках из углеродистой стали.

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

5.6—5.8. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

6.2. Гарантийный срок хранения этиленгликоля высшего сорта — один год, первого сорта — три года со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

НПП СПЕЦАВИА