# ГОСТ 7568-88 Этилена окись. Технические условия (с Поправкой, с Изменением N 1)

ГОСТ 7568-88\*
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Обозначение стандарта.
Измененная редакция, Изм. N 1.

Группа Л21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЭТИЛЕНА ОКИСЬ

Технические условия

Ethylene oxide. Specifications

ОКП 24 1711 0000

Срок действия с 01.07.89
до 01.07.94\*
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Ограничение срока действия снято по протоколу N 3-93
Межгосударственного Совета по стандартизации,
метрологии и сертификации (ИУС N 5/6, 1993 год). -
Примечание изготовителя базы данных.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И.А.Дьяконов, канд. хим. наук; 3.М.Ривина, канд. хим. наук; Б.Б.Чесноков, канд. техн. наук; Ю.А.Боровлев; В.И.Емельянов, канд. хим. наук; А.И.Капралов, канд. хим. наук; В.С.Чурилин, канд. хим. наук; С.А.Арыстанбекова, канд. хим. наук; Т.В.Авгуль; А.И.Барышева; И.Н.Кожухова, канд. хим. наук; Г.3.Гребеник, канд. техн. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.08.88 N 2931

3. Срок первой проверки - 1992 г. Периодичность проверки - 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 7568-73

5. СТАНДАРТ СОДЕРЖИТ ВСЕ ТРЕБОВАНИЯ СТ СЭВ 2334-80

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
| ГОСТ 8.485-83 | 3.7.1 |
| ГОСТ 12.1.007-76 | 1.2.3.3. |
| ГОСТ 215-73 | 3.4.1, 3.6.1, 3.8.1, 3.7.1 |
| ГОСТ 427-75 | 3.8.1 |
| ГОСТ 450-77 | 3.4.1 |
| ГОСТ 949-73 | 1.4.1 |
| ГОСТ 1770-74 | 3.4.1, 3.6.1, 3.7.1 |
| ГОСТ 2405-80 | 3.8.1 |
| ГОСТ 2603-79 | 3.8.1 |
| ГОСТ 4159-79 | 3.6.1 |
| ГОСТ 4161-77 | 3.4.1 |
| ГОСТ 4201-79 | 3.7.1 |
| ГОСТ 4204-77 | 3.7.1 |
| ГОСТ 4328-77 | 3.6.1 |
| ГОСТ 4517-87 | 3.6.1 |
| ГОСТ 4919.1-77 | 3.6.1 |
| ГОСТ 5072-79 | 3.4.1, 3.6.1, 3.8.1, 3.7.1 |
| ГОСТ 5632-72 | 1.4.1; 4.2 |
| ГОСТ 6521-72 | 3.8.1 |
| ГОСТ 6563-75 | 3.4.1 |
| ГОСТ 6709-72 | 3.6.1, 3.7.1 |
| ГОСТ 8050-85 | 3.8.1 |
| ГОСТ 8984-75 | 3.4.1 |
| ГОСТ 9293-74 | 4.1.2; 4.2 |
| ГОСТ 10163-76 | 3.7.1 |
| ГОСТ 11683-76 | 3.7.1 |
| ГОСТ 14192-77 | 1.3 |
| ГОСТ 14870-77 | 3.5.1 |
| ГОСТ 14921-78 | 3.2 |
| ГОСТ 17433-80 | 3.8.1 |
| ГОСТ 18300-87 | 3.6.1, 3.8.1 |
| ГОСТ 18522-73 | 3.9 |
| ГОСТ 19433-81 | 1.3 |
| ГОСТ 19908-80 | 3.4.1 |
| ГОСТ 21650-76 | 4.1.2 |
| ГОСТ 20292-74 | 3.5.1, 3.6.1, 3.7.1 |
| ГОСТ 21929-76 | 4.1.2 |
| ГОСТ 24104-88 | 3.4.1, 3.7.1; 3.4.3 |
| ГОСТ 24484-80 | 3.8.1 |
| ГОСТ 25336-82 | 3.4.1, 3.7.1 |
| ГОСТ 25706-83 | 3.8.1 |
| ГОСТ 25794.2-83 | 3.7.1 |
| ГОСТ 27025-86 | 3.1 |

ВНЕСЕНА поправка, опубликованная в ИУС N 5, 1990 год

Поправка внесена изготовителем базы данных

ВНЕСЕНО Изменение N 1, принятое Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.04.94 (отчет Технического секретариата N 2). Государство-разработчик Россия. Постановлением Госстандарта России от 19.03.96 N 177 введено в действие на территории РФ с 01.07.1996

Изменение N 1 внесено изготовителем базы данных по тексту ИУС N 6, 1996 год

Настоящий стандарт распространяется на окись этилена, изготовляемую для нужд народного хозяйства и экспорта. Окись этилена используют в химической, нефтехимической и других отраслях промышленности.

Окись этилена - сжиженный газ, представляющий собой бесцветную прозрачную жидкость.

Формула 

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) - 44,05.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Характеристики

1.2.1. 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.

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

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
| Наименование показателя | Норма |
|  | ОчищеннаяОКП 24 1711 0100 | ТехническаяОКП 24 1711 0200 |
| 1. Массовая доля окиси этилена, %, не менее | 99,9 | 99,9 |
| 2. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более | 0,0005 | 0,005 |
| 3. Массовая доля воды, %, не более | 0,01 | 0,01 |
| 4. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту, %, не более | 0,002 | 0,002 |
| 5. Массовая доля альдегидов в пересчете на ацетальдегид, %, не более | 0,001 | 0,01 |
| 6. Массовая доля двуокиси углерода, %, не более | 0,001 | 0,003 |
| 7. Цвет, единицы Хазена, не более | 5 | 10 |

*1.2.3. Требования безопасности*

1.2.3.1. Окись этилена - сжиженный, горючий и взрывоопасный газ, пожароопасен. Температура кипения - 10,4 °С, температура вспышки минус - 18 °С, температура самовоспламенения - 430 °С, концентрационные пределы распространения пламени: нижний - 3,2, верхний - 100% (об.).

При температуре выше 40 °С окись этилена склонна к полимеризации.

Окись этилена при контакте с катализаторами (безводные хлориды алюминия, железа и олова; оксиды алюминия и железа; металлический калий; гидроксиды щелочных металлов; кислоты; органические основания и аммиак) может разлагаться или полимеризоваться. Быстрое разложение или полимеризация окиси этилена сопровождается выделением тепла, что может привести к взрыву.

При производстве и применении окиси этилена следует соблюдать требования по обеспечению пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и взрывобезопасности по ГОСТ 12.1.010-76.

1.2.3.2. Окись этилена - высокоопасное вещество, 2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005-88. В организм человека поступает через дыхательные пути, предельно допустимая концентрация (ПДК) окиси этилена в воздухе рабочей зоны - 1 мг/м.

Окись этилена оказывает наркотическое действие, вдыхание окиси этилена в концентрациях, превышающих ПДК, может привести к острому отравлению и хронической интоксикации. Окись этилена оказывает раздражающее действие при попадании на кожные покровы, слизистые оболочки верхних дыхательных путей и глаз.

ПДК окиси этилена в атмосферном воздухе населенных мест: максимально разовая - 0,3 мг/м; среднесуточная - 0,03 мг/м.

1.2.3.3. Производственные помещения, в которых проводят работы с окисью этилена, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Оборудование и коммуникации должны быть герметизированы. Все выбросы в атмосферу должны быть оборудованы огнепреградителями.

В помещении на видном месте должны быть помещены знаки со смысловым значением: "Осторожно! Легковоспламеняющееся вещество" и "Запрещается пользоваться открытым огнем" по ГОСТ 12.4.026-76\*.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.026-2001. - Примечание изготовителя базы данных.

Производственный персонал должен быть обеспечен средствами индивидуальной защиты (специальная одежда, резиновые перчатки, защитные очки, промышленный фильтрующий противогаз марки А по ГОСТ 12.4.121-83).

1.2.3.4. При загорании следует применять инертные газы, объемное тушение, охлаждение водой.

1.2.2-1.2.3.4. (Измененная редакция, Изм. N 1).

1.3. Маркировка

Маркировка, характеризующая продукцию, должна содержать следующие данные:

товарный знак и наименование предприятия-изготовителя;

наименование и марку продукта;

номер партии и дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192-77\* с нанесением манипуляционного знака "Беречь от нагрева".
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Действует ГОСТ 14192-96. - Примечание изготовителя базы данных.

Маркировка, характеризующая транспортную опасность груза, - по ГОСТ 19433-88(классификационный шифр 2413, знаки опасности по черт.6а и 3) , серийный номер ООН 1040.

Под предохранительный колпак каждого баллона закладывают документ, содержащий данные, указанные в п.2.1, и номер баллона.

1.4. Упаковка

Окись этилена заливают в стальные баллоны по ГОСТ 949-73 типа 150Л, 200Л, изготовленные из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т (ГОСТ 5632-72).

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 Госгортехнадзором.

1.3, 1.4. (Измененная редакция, Изм. N 1).

## 2. ПРИЕМКА

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

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 анализов и (или) подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта.

2.2. 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.

Показатель "цвет" изготовитель определяет по требованию потребителя.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ по всем показателям на удвоенной выборке контейнеров-цистерн и баллонов или вновь отобранной пробе из цистерны и резервуара-хранилища.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025-86.

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.2. 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 по ГОСТ 14921-78 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.

3.3. Определение массовой доли окиси этилена

Массовую долю окиси этилена () в процентах вычисляют по формуле

,

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

3.4. Определение массовой доли нелетучего остатка

Массовую долю нелетучего остатка определяют по ГОСТ 27026-86, используя платиновую чашку по ГОСТ 6563-75 или кварцевую по ГОСТ 19908-90.

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

Пробу окиси этилена вносят в чашку, охлажденную до температуры не выше 4 °С, цилиндром вместимостью 100 см (ГОСТ 1770-74), охлажденным до той же температуры. Чашку с продуктом помещают на водяную баню комнатной температуры и испаряют окись этилена в вытяжном шкафу.

Массовую долю нелетучего остатка () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса нелетучего остатка, г;

 - объем анализируемой пробы, см;

0,891 - плотность окиси этилена при 4 °С, г/см.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00015% для очищенного и 0,0015% для технического продукта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,0005% для очищенного и ±0,002% для технического продукта при доверительной вероятности =0,95.

При разногласиях в оценке массовой доли нелетучего остатка для взвешивания используют весы 1-го класса точности по ГОСТ 24104-88\* с наибольшим пределом взвешивания 200 г.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 24104-2001, здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

3.5. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870-77 реактивом Фишера или по ГОСТ 24614-81.

При разногласиях в оценке массовой доли воды определение проводят по ГОСТ 14870-77реактивом Фишера (электрометрическим титрованием).

3.4, 3.5. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.6. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

3.6.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Бюретка вместимостью 5 см с ценой деления 0,02 см.

Цилиндр по ГОСТ 1770-74 вместимостью 50 или 100 см.

Термометр группы ТЛ-2.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517-87.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87, высший сорт.

Фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей 1%; готовят по ГОСТ 4919.1-77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор молярной концентрации (NaOH)=0,01 моль/дм; готовят по ГОСТ 25794.1-83.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.6.2. *Проведение анализа*

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

К полученному раствору прибавляют 3-5 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 воды.

3.6.3. *Обработка результатов*

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

,

где  - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм, израсходованный на титрование пробы, см;

 - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм, израсходованный на контрольное титрование, см;

 - объем анализируемой пробы, см;

0,0006 - масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм, г/см;

0,891 - плотность окиси этилена при 4 °С, г/см.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0006%.

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

(Измененная редакция, Изм

. N 1).

3.7. Определение массовой доли альдегидов в пересчете на ацетальдегид

3.7.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Весы лабораторные 3-го или 4-го класса точности по ГОСТ 24104-88 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Бюретка вместимостью 25 или 50 см с ценой деления 0,1 см, вместимостью 5 см с ценой деления 0,02 см.

Пипетка вместимостью 5, 10, 25 или 50 см с ценой деления 0,1 см.

Колба типа Кн по ГОСТ 25336-82 вместимостью 250 см.

Колба типа КГУ-2 по ГОСТ 25336-82 исполнения 1 вместимостью 500 см.

Воронка типа ВК по ГОСТ 25336-82 вместимостью 100 см.

Колба по ГОСТ 1770-74 исполнения 2 вместимостью 1000 см.

Склянка для промывания газов типа СН по ГОСТ 25336-82 исполнения 1 вместимостью 500 см.

Термометр группы ТЛ-2.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201-79.

Пиросульфит натрия технический по ГОСТ 11683-76 или натрий сернистокислый по ГОСТ 195-77, насыщенный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 0,5%.

Йод по ГОСТ 4159-79, раствор молярной концентрации (J)=0,01 моль/дм (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.2-83.

Натрий сернистокислый кислый, раствор с массовой долей 0,1%.

Допускается раствор с массовой долей 0,1% готовить следующим образом. В колбу типа КГУ-2 помешают около 80 г твердого пиросульфита натрия или 200 см насыщенного раствора сернистокислого натрия, приливают по каплям серную кислоту, выделяющийся сернистый газ пропускают через склянку для промывания газов, содержащую около 40 г кислого углекислого натрия и 300 см воды. Реакцию проводят до полного прекращения выделения углекислого газа (раствор А). 6-7 см раствора А переносят в мерную колбу и разбавляют водой до метки. Раствор пригоден для работы в течение 7 дней и рН раствора должен быть не ниже 3,0.

3.7.2. *Проведение анализа*

В коническую колбу помещают 20 см раствора кислого сернистокислого натрия. Колбу охлаждают до 0-4 °С и при помощи охлажденной пипетки, опуская кончик под слой раствора, вносят 10 см окиси этилена и перемешивают. Затем колбу ставят на 30 мин в ледяную баню, прибавляют 1 см раствора крахмала и титруют раствором йода до получения синего окрашивания, устойчивого в течение 5 мин. После этого добавляют около 1 г кислого углекислого натрия или 10 см насыщенного водного раствора кислого углекислого натрия, перемешивают и вторично титруют из бюретки вместимостью 5 см раствором йода до получения устойчивого в течение 5 мин синего окрашивания. Аналогично проводят контрольный опыт.

3.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю альдегидов в пересчете на ацетальдегид () в процентах вычисляют по формуле

,

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

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

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

 - объем анализируемой пробы, см;

0,891 - плотность окиси этилена при 4 °С, г/см.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0001% для очищенного и 0,0004% для технического продукта.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа для очищенного продукта ±0,0001%, для технического ±0,0004% при доверительной вероятности

=0,95.

3.7.1-3.7.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.8. Определение массовой доли двуокиси углерода

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

3.8.1. *Аппаратура, реактивы*

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с детектором по теплопроводности.

Колонка газохроматографическая стальная или стеклянная длиной 2-3 м внутренним диаметром 3 мм.

Весы лабораторные 2-го и 3-го классов точности по ГОСТ 24104-88 с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427-75 с ценой деления 1 мм.

Манометр, вакуумметр или мановакуумметр по ГОСТ 2405-88 класса точности 0,6.

Планиметр или лупа типа ЛИ по ГОСТ 25706-83 с ценой деления 0,1 мм.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336-82.

Секундомер.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в интервале от 50 до 200 °С.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147-80.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147-80.

Шприц медицинский по ГОСТ 22967-90.

Ацетон технический по ГОСТ 2768-84.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Газ-носитель: гелий газообразный очищенный марки А.

Двуокись углерода газообразная и жидкая по ГОСТ 8050-85.

Азот газообразный по ГОСТ 9293-74.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87.

3.8, 3.8.1. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.8.2. *Подготовка к анализу*

3.8.2.1. *Приготовление насадки и заполнение колонки*

Полисорб-1 отсеивают, отбирают необходимую фракцию, переносят ее на воронку Бюхнера, подсоединенную к водоструйному насосу, промывают ацетоном, спиртом, взятыми в 3-5-кратном избытке по отношению к объему сорбента, затем сушат под тягой до полного удаления растворителя. Порапак Q, порапак Р, хромосорб 102 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. Концы заполненной колонки закрывают стекловатой или стеклотканью. Заполненную колонку устанавливают в термостат прибора и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 48 ч, повышая при этом температуру от 50 до 180 °С. Колонку выдерживают при этой температуре не менее 30 ч.

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

3.8.2.2. *Режим градуировки и работы хроматографа*:

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| объемный расход газа-носителя | 40-60 см/мин |
| скорость движения диаграммной ленты | 240 мм/ч |
| температура термостата колонок | 30-200 °С |
| температура термостата детектора | 120 °С |
| температура испарителя | 50 °С |
| сила тока моста детектора | 220-230 мА |
| длина колонки | 2-3 м  |
| диаметр колонки | 3 мм |
| объем вводимой пробы | 1-5 см |
| число эффективных теоретических тарелок на 1 м длины хроматографической колонки | 350. |

Эффективность колонки ( - число эффективных теоретических тарелок) вычисляют по формуле

,

где  - приведенное время удерживания, которому на хроматограмме соответствует приведенное расстояние удерживания, см;

 - абсолютное время удерживания двуокиси углерода, которому на хроматограмме соответствует расстояние от места ввода пробы до места появления максимума пика двуокиси углерода, см;

 - время удерживания несорбируемого компонента (воздуха), которому на хроматограмме соответствует расстояние от места ввода пробы до места появления максимума пика воздуха, см;

 - ширина пика двуокиси углерода на половине его высоты, см.

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 поднимают до 200 °С и выдерживают до выхода 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.

3.8.2.3. *Градуирование хроматографа*

Градуирование хроматографа проводят по 4-5 градуировочным смесям, содержащим двуокись углерода в концентрациях, близких к ее концентрации в продукте.

Градуировочные смеси готовят объемным методом в стеклянных сосудах вместимостью 0,5-5 дм, снабженных прокалываемой прокладкой, двухходовым краном и помещенных в защитный чехол.

Сосуд предварительно продувают азотом или гелием, затем вакууммируют до остаточного давления 2,5-4,0 кПа (0,025-0,040 кгс/см). Двуокись углерода объемом 1-10 см вводят в сосуд шприцем, при этом относительная погрешность измерения объема не должна превышать 7%. Далее сосуд заполняют гелием до давления 98-147 КПа (1,00-1,50 кгс/см). Полученную смесь выдерживают в течение 30-45 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 4-5 раз.

Градуировочный коэффициент двуокиси углерода () в процентах (по объему) на квадратный миллиметр вычисляют по формуле

,

где  - объемная доля двуокиси углерода в градуировочной смеси, %;

 - площадь пика двуокиси углерода, мм.

Объемную долю двуокиси углерода () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - объем двуокиси углерода, введенный в сосуд 1, см;

 - объем смеси из сосуда 1, введенный в сосуд 2, см;

 - объем сосуда 1, см;

 - объем сосуда 2, см;

 - атмосферное давление, кПа (кгс/см);

,  - давление в сосудах 1 и 2 соответственно, кПа (кгс/см).

Площадь пика вычисляют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты. Допускается измерять площадь пика с помощью электронного интегратора.

Градуировочный коэффициент двуокиси углерода определяют как среднее арифметическое результатов всех определений, вычисленных с точностью до второго десятичного знака. Градуирование хроматографа проводят при смене сорбента в колонке и изменении условий хроматографического определения.

Типовая хроматограмма окиси этилена приведена на чертеже.

### Чертеж. Типовая хроматограмма анализа окиси этилена

**Типовая хроматограмма анализа окиси этилена**



*1* - воздух; *2* - двуокись углерода; *3* - вода; *4* - ацетальдегид; *5* - окись этилена

3.8.2.1-3.8.2.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.8.3. *Проведение анализа*

Пробу жидкой окиси этилена (около 10 см) помещают в сосуд вместимостью 15-20 см, исключив контакт продукта с атмосферой, и закрывают эластичной пробкой, проколотой инъекционной иглой внутренним диаметром 0,4-0,6 мм. Через 5-10 мин медицинским шприцем прокалывают пробку, отбирают 1-5 см паров пробы и вводят в испаритель хроматографа. Газообразную окись этилена можно ввести в испаритель хроматографа с помощью крана-дозатора, в который пары окиси этилена поступают через стеклянный или металлический капилляр, предварительно выдержанный в течение 10-15 мин на водяной бане температурой 30-40 °С.

3.8.4. *Обработка результатов*

Массовую долю двуокиси углерода () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - площадь пика двуокиси углерода, мм;

- градуировочный коэффициент двуокиси углерода, % об./мм.

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

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0004%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,0003% для очищенного и ±0,0004% для технического продукта при доверительной вероятности =0,95.

3.8.3, 3.8.4. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.9. Определение цвета

Цвет окиси этилена определяют визуально по ГОСТ 14871-76 по платинокобальтовой шкале. Пробирку перед заполнением анализируемой пробой охлаждают, споласкивая ее жидкой окисью этилена. Допускается использовать цилиндры по ГОСТ 18481-81.

Допускается определение цвета продукта проводить по ГОСТ 29131-91.

При разногласиях в оценке цвета окиси этилена определение проводят по ГОСТ 14871-76.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

## 4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

4.2. 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 (разд.41). Окись этилена в баллонах транспортируют повагонными отправками.

Допускается окись этилена транспортировать в имеющихся в обращении контейнерах-цистернах, изготовленных из коррозионно-стойкой стали и удовлетворяющих требованиям правил устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденных Госгортехнадзором.

Водным транспортом окись этилена в баллонах транспортируют в пакетированном виде в соответствии с ГОСТ 26663-85 или в контейнерах.

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

Окись этилена транспортируют под избыточным давлением 275-343 кПа (2,8-3,5 кгс/см), создаваемым азотом (ГОСТ 9293-74) с содержанием кислорода не более 0,3% (об.).

Разгрузку цистерн и контейнер-цистерн проводят с помощью азота (ГОСТ 9293-74) с содержанием кислорода не более 0,3% (об.) до остаточного давления 69 кПа (0,7 кгс/см).

4.4. 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 2 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.

4.5. Окись этилена хранят в упаковке изготовителя или в резервуарах из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т (ГОСТ 5632-72).

В резервуарах окись этилена хранят под избыточным давлением 69-343 кПа (0,7-3,5 кгс/см), создаваемым азотом (ГОСТ 9293-74), с содержанием кислорода не более 0,3% (об.), при температуре не выше 10 °С.

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

Раздел 4. (Измененная редакция, Изм. N 1).

## 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

5.2. Гарантийный срок хранения окиси этилена - 6 мес со дня изготовления.