

ГОСТ 1942—86

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

1,2-ДИХЛОРЭТАН ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

1,2-ДИХЛОРЕТАН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

1,2-Dichlorethane for industrial use.
SpecificationsГОСТ
1942—86

ОКП 24 1222 0100

Дата введения 01.07.87

Настоящий стандарт распространяется на технический 1, 2-дихлорэтан (этилендихлорид), используемый в производстве винилхлорида, этилендиамина, фармацевтических препаратов и в качестве растворителя.

Эмпирическая формула: $C_2H_4Cl_2$.

Относительная молекулярная масса (по международным относительным массам 1985 г.) — 98,96.

Требования настоящего стандарта, кроме требований п. 6 табл. 1 для продукта высшего сорта, являются обязательными.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Технический 1,2-дихлорэтан должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям технический 1,2-дихлорэтан должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Норма для сорта		
	высшего ОКП 24 1222 0120	первого ОКП 24 1222 0130	второго ОКП 24 1222 0140
1. Массовая доля 1,2-дихлорэтана, %, не менее	99,9	99,4	98,0
2. Массовая доля органических примесей, %, не более:			
винилиденхлорида	0,002	—	—
1, 2-дихлорпропана	0,005	—	—
хлористого аллила	0,002	—	—
3. Температурные пределы перегонки (при 101,33 кПа), °С:			
начало перегонки	—	—	81
не ниже	—	—	86
конец перегонки	—	—	86
не выше	—	—	86
4. Цветность (по Хазену) по платиново-кобальтовой шкале не более	10	10	20

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1986
© ИПК Издательство стандартов, 2001

4.3а.3 Проведение анализа

10—100 г 1,2-дихлорэтана взвешивают в стеклянном сосуде, закрытом укрепленной эластичной прокладкой, добавляют к нему 0,01—0,07 г хлористого гексила. Результаты взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака.

Смесь перемешивают, отбирают микрошприцем необходимый объем анализируемого раствора и вводят в испаритель хроматографа.

4.3а.4. Обработка результатов

Обработку результатов проводят по п. 4.3.5.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное при определении винилиденхлорида и 1,2-дихлорпропана — 0,0005 %, хлористого аллила — 0,0003 %, суммы органических примесей — 0,015 %, 0,05 % и 0,18 % для продуктов высшего, первого и второго сортов соответственно при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа при определении винилиденхлорида — $\pm 0,0004$ %, 1,2-дихлорпропана — $\pm 0,0005$ %, хлористого аллила — $\pm 0,0003$ %, 1,2-дихлорэтана — $\pm 0,008$ %, $\pm 0,05$ %, $\pm 0,15$ % для продуктов высшего, первого и второго сортов соответственно при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При разногласиях в оценке качества продукта определение проводят по методике п. 4.3.

4.3а.—4.3а.4. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

4.4. Определение температурных пределов перегонки

Температурные пределы перегонки определяют по ГОСТ 18995.7 в приборе с наклонным стеклянным холодильником.

Температуру конца перегонки записывают в момент, когда в приемнике находится 94 см³ дистиллята.

4.5. Определение цветности

Цветность определяют по ГОСТ 14871 визуально по платино-кобальтовой шкале.

Для проведения анализа в колориметрическую плоскодонную пробирку с притертой пробкой, изготовленную из бесцветного стекла по ГОСТ 21400, имеющую диаметр 20 мм, высоту 350 мм и бесцветную метку на расстоянии 150 мм от основания, наливают анализируемый продукт до метки и сравнивают его окраску с окраской цветовой шкалы. Пробирки просматривают по вертикальной оси на белом фоне. Допускается применять цилиндры для ареометров по ГОСТ 18481.

Допускается определять цветность фотометрическим методом. При этом оптическую плотность измеряют в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм при длине волны 400 нм по отношению к дистиллированной воде. За результат анализа принимают результат одного определения.

Допускается абсолютная суммарная погрешность результата определения ± 2 единицы Хазена при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.6. Определение массовой доли воды

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

При разногласиях в оценке качества продукта определение проводят по ГОСТ 14870 электрометрическим титрованием.

4.4.—4.6. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7. Определение массовой доли кислот или щелочей**4.7.1 Аппаратура, реактивы, растворы**

Бюретка по НТД вместимостью 25 или 10 см³ с ценой деления 0,05 см³.

Пипетка по НТД вместимостью 50 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 50 см³.

Секундомер.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709; перед использованием нейтрализуют по смешанному индикатору (к 100 см³ воды добавляют 1 см³ раствора смешанного индикатора).

Калия гидроокись, спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 0,01 моль/дм³; готовят и устанавливают коэффициент поправки по ГОСТ 25794.3.

Кислота соляная, раствор концентрации c (НСl) = 0,01 моль/дм³; готовят и устанавливают коэффициент поправки по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроокись, раствор концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм³; готовят и устанавливают коэффициент поправки по ГОСТ 25794.1.

Смешанный индикатор (метиловый красный и бромкрезоловый зеленый); готовят по ГОСТ 4919.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Фенолфталеин (индикатор), раствор массовой концентрации 0,01 г/см³; готовят по ГОСТ 4919.1.

4.7.2. Проведение анализа

50 см³ анализируемого продукта помещают в делительную воронку, добавляют 50 см³ воды, энергично встряхивают в течение 1 мин и дают отстояться. Затем водный слой переносят в коническую колбу, смывают воронку 10 см³ воды, присоединяя промывную жидкость к водной вытяжке в колбе.

В колбу с водной вытяжкой добавляют 4—5 капель смешанного индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода розовой окраски раствора в зеленую или раствором соляной кислоты до перехода зеленой окраски раствора в розовую.

Допускается определять массовую долю кислот без предварительной экстракции. При этом пипеткой отбирают 50 см³ анализируемого продукта и добавляют 50 см³ спирта, 3—4 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси калия до появления слабозеленой окраски, устойчивой в течение 30 с.

Параллельно проводят контрольный опыт. Для этого в колбу помещают 50 см³ спирта, добавляют 3—4 капли раствора фенолфталеина и титруют, как анализируемую пробу.

4.7.3. Массовую долю кислот в пересчете на HCl (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,0003646 \cdot 100}{50 \cdot 1,253}$$

или

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0003646 \cdot 100}{50 \cdot 1,253},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия (1) или гидроокиси калия (2) концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование 50 см³ спирта, см³;

0,0003646 — масса хлористого водорода, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия концентрации точно 0,01 моль/дм³, г;

50 — объем анализируемой пробы, см³;

1,253 — плотность 1,2-дихлорэтана при 20 °С, г/см³.

Массовую долю щелочей в пересчете на NH₃ (X'_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X'_2 = \frac{V \cdot 0,0001703 \cdot 100}{50 \cdot 1,253},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

0,0001703 — масса аммиака, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,01 моль/дм³, г;

50 — объем анализируемой пробы, см³;

1,253 — плотность 1,2-дихлорэтана при 20 °С, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00006 % для продукта высшего сорта, 0,0006 % — для продукта первого сорта, 0,0012 % — для продукта второго сорта при определении массовой доли кислот и 0,0012 % при определении массовой доли щелочей при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения $\pm 0,00008$ % для продукта высшего сорта, $\pm 0,0008$ % для продукта первого сорта, $\pm 0,0016$ % для продукта второго сорта при определении массовой доли кислот и $\pm 0,0016$ % при определении массовой доли щелочей при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При разногласиях в оценке массовой доли кислот и щелочей определение проводят с экстракцией.

4.7.1—4.7.3 (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8. Определение массовой доли нелетучего остатка

4.8.1. Массовую долю нелетучего остатка определяют по ГОСТ 27026, используя платиновую чашку по ГОСТ 6563 или кварцевую чашу по ГОСТ 19908. При этом объемы анализируемых проб составляют 400 см³ для продукта высшего сорта или 100 см³ для продуктов первого и второго сортов, отмеренных цилиндром по ГОСТ 1770 вместимостью 500 см³ и пипеткой по НТД вместимостью 100 см³ соответственно. Выпаривание продукта проводят в несколько приемов.

Массу остатка определяют взвешиванием, используя лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

4.8.2. Обработка результатов

Массовую долю нелетучего остатка (X_3) в процентах определяют по формуле

$$X_3 = \frac{m \cdot 100}{V \cdot 1,253},$$

где m — масса остатка после выпаривания, г;

V — объем анализируемой пробы, см³;

1,253 — плотность 1,2-дихлорэтана при 20 °С, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00008 % для продукта высшего сорта, 0,0005 % для продукта первого сорта и 0,0004 % для продукта второго сорта при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения $\pm 0,0001$ % для продуктов высшего и второго сортов и $\pm 0,0006$ % для продукта первого сорта при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Остаток сохраняют для определения массовой доли железа.

4.9. Определение массовой доли железа

4.9.1. Массовую долю железа определяют по ГОСТ 10555 сульфосалициловым и 2,2'-дипиридиловым методами. При этом остаток, полученный по п. 4.8, растворяют в 2 см³ соляной кислоты с массовой долей 25 %. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу (ГОСТ 1770) вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор А).

1 см³ раствора А для продукта высшего сорта или 5 см³ для продукта первого сорта помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до 20 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10555 сульфосалициловым методом.

При определении массовой доли железа 2,2'-дипиридиловым методом 1 см³ раствора А для продукта высшего сорта или 5 см³ для продукта первого сорта помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят объем раствора водой до 40 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10555.

4.9.2. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{V_1 \cdot 1,253 \cdot 1000 \cdot V_2},$$

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

1,253 — плотность 1,2-дихлорэтана при 20 °С, г/см³;

V_1 — объем пробы, взятый для анализа по п. 4.8, см³;

V_2 — объем раствора А, взятый для анализа, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00006 % для сульфосалицилового метода и 0,0001 % для 2,2'-дипиридилового метода при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения $\pm 0,00004$ % для сульфосалицилового метода и $\pm 0,00008$ % для 2,2'-дипиридилового метода при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение проводят сульфосалициловым методом.

Допускается проводить определение 1,10-фенантролиновым методом (см. приложение).

4.8, 4.9. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Технический 1,2-дихлорэтан заливают в собственные цистерны грузоотправителя или арендованные с верхним сливом или с универсальным сливным прибором или в стальные сварные бочки по ГОСТ 13950 типа 1 вместимостью 100 и 200 дм³.

По требованию потребителя 1,2-дихлорэтан, поставляемый на экспорт, заливают в железнодорожные цистерны из нержавеющей стали.

Упаковка 1,2-дихлорэтана должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

5.3. Перед заполнением цистерны с верхним сливом должен быть проведен анализ остатка 1,2-дихлорэтана на соответствие требованиям настоящего стандарта. Если результаты анализа остатка соответствуют требованиям настоящего стандарта, то цистерну заполняют 1,2-дихлорэтаном, если не соответствуют, то остаток удаляют, цистерну промывают, пропаривают и сушат.

5.4. Наливные люки цистерн и горловины бочек должны быть герметизированы с помощью паранитовых или других стойких к 1,2-дихлорэтану прокладок.

5.5. Надписи и знаки на котлах железнодорожных цистерн должны быть нанесены в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на железнодорожном транспорте.

5.6. Маркировка, характеризующая упакованную продукцию, должна содержать: товарный знак и наименование предприятия-изготовителя; наименование продукта (1,2-дихлорэтан (этилендихлорид) технический), сорт; номер партии и дату изготовления; массу брутто и нетто; обозначение настоящего стандарта.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 3, подкласс 3.2, черт. 3 основной и черт. 6а дополнительный, классификационный шифр 3222) и серийный номер ООН 1184.

5.5, 5.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.7. Бочки с 1, 2-дихлорэтаном транспортируют в крытых железнодорожных вагонах повагонно или мелкими отправлениями, автомашинах, трюмах судов, в соответствии с правилами перевозок опасных грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.8. 1,2-Дихлорэтан в бочках вместимостью 100 дм³ транспортируют в пакетированном виде в соответствии с ГОСТ 26663 и ГОСТ 24597 на поддонах по ГОСТ 9078. Масса пакета — не более 1 т. Средства скрепления пакетов — по ГОСТ 21650.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.9. 1,2-Дихлорэтан хранят в герметично закрытых стальных емкостях или бочках в неотапливаемых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 1,2-дихлорэтана требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — три месяца со дня изготовления.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖЕЛЕЗА
1,10-ФЕНАНТРОЛИНОВЫМ МЕТОДОМ****1. Аппаратура, реактивы, растворы**

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидроксиламина гидрохлорид, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

Калия фталат однозамещенный ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$), раствор массовой концентрации 0,04 г/см³; готовят следующим образом: 40 г однозамещенного фталата калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 500 см³ воды, доводят объем раствора спиртом до метки и перемешивают.

Колбы по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 и 100 см³.

Пипетки по НТД.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий проводить измерения в видимой области спектра.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 500 см³.

1,10-фенантролин ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), раствор массовой концентрации 0,003 г/см³, готовят следующим образом: 3 г 1,10-фенантролина помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ доводят объем раствора спиртом до метки и перемешивают.

2. Построение градуировочного графика

Раствор, содержащий железо (II), готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг железа в 1 см³.

Для приготовления растворов сравнения в мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают растворы, содержащие 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 и 0,050 мг железа. Во все колбы прибавляют по 5 см³ растворов гидрохлорида гидроксиламина, однозамещенного фталата калия и 1,10-фенантролина, доводят объем растворов спиртом до метки и перемешивают. Одновременно готовят контрольный раствор, содержащий все реактивы и не содержащий железа.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору в кюветах толщиной поглощающего свет слоя 50 мм при длине волны 525 нм.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности от массы железа в миллиграммах.

3. Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 100 см³ с помощью пипетки помещают 5 см³ анализируемого продукта, добавляют по 5 см³ растворов гидрохлорида гидроксиламина, однозамещенного фталата калия, 1,10-фенантролина, доводят объем раствора спиртом до метки и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, содержащий по 5 см³ растворов гидрохлорида гидроксиламина, однозамещенного фталата калия и анализируемого 1,2-дихлорэтана. Далее измеряют оптическую плотность, как указано в п. 2 настоящего приложения.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в миллиграммах в анализируемом растворе.

4. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m \cdot 100}{5 \cdot 1,253 \cdot 1000},$$

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

5 — объем пробы, взятый для анализа, см³;

1,253 — плотность 1,2-дихлорэтана при 20 °С, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00015 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения $\pm 0,0001$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

ПРИЛОЖЕНИЕ. (Введено дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.86 № 1969

3. ВЗАМЕН ГОСТ 1942—74

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 4—84	4.3.2	ГОСТ 19433—88	3.2, 5.6
ГОСТ 12.1.005—88	2.2	ГОСТ 19908—90	4.8.1
ГОСТ 427—75	4.3.2	ГОСТ 20015—88	4.3.2
ГОСТ 1770—74	4.7.1, 4.8.1, 4.9.1, приложение	ГОСТ 21400—75	4.5
ГОСТ 2405—88	4.3.2	ГОСТ 21650—76	5.8
ГОСТ 2517—85	4.1	ГОСТ 24104—88	4.3.2, 4.8.1, приложение
ГОСТ 2768—84	4.3.2	ГОСТ 24597—81	5.8
ГОСТ 3022—80	4.3.2	ГОСТ 24614—81	4.6
ГОСТ 3118—77	4.3.2	ГОСТ 25070—87	4.3.2
ГОСТ 4212—76	Приложение	ГОСТ 25336—82	4.3.2, 4.7.1
ГОСТ 4461—77	4.3.2	ГОСТ 25706—83	4.3.2
ГОСТ 4517—87	Приложение	ГОСТ 25794.1—83	4.7.1
ГОСТ 4919.1—77	4.7.1	ГОСТ 25794.3—83	4.3.2, 4.7.1
ГОСТ 5955—75	4.3.2	ГОСТ 26319—84	5.1
ГОСТ 6563—75	4.8.1	ГОСТ 26663—85	5.8
ГОСТ 6709—72	4.3.2, 4.7.1, приложение	ГОСТ 27025—86	4.1а
ГОСТ 9078—84	5.8	ГОСТ 27026—86	4.8.1
ГОСТ 9147—80	4.3.2	ТУ 2.833/106	4.3.2
ГОСТ 9293—74	4.3.2	ТУ 6—01—14—90	4.3.2
ГОСТ 9968—86	4.3.2	ТУ 6—01—19—90	4.3.2
ГОСТ 9976—94	4.3.2	ТУ 6—01—956—86	4.3а.1
ГОСТ 10157—79	4.3.2	ТУ 6—01—1130—82	4.3.2
ГОСТ 10555—75	4.9.1	ТУ 6—09—14—21—35—83	4.3.2
ГОСТ 14192—96	5.6	ТУ 6—09—311—76	4.3а.1
ГОСТ 13950—91	5.1	ТУ 6—09—782—76	4.3.2
ГОСТ 14870—77	4.6	ТУ 6—09—2661—78	4.3.2
ГОСТ 14871—76	4.5	ТУ 6—09—3827—74	4.3.2
ГОСТ 15866—70	4.3а.1	ТУ 6—09—4518—77	4.3.2
ГОСТ 18300—87	4.3.2, 4.7.1, приложение	ТУ 51—940—80	4.3.2
ГОСТ 18481—81	4.5	ТУ 64—1—378—83	4.3.2
ГОСТ 18995.7—73	4.4	ТУ 88 УССР 191—030—88	4.3а.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 26.12.91 № 2136

6. ИЗДАНИЕ (июль 2001 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1991 г. (ИУС 4—92)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 09.08.2001. Усл.печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,65.
Тираж 70 экз. С 1790. Зак. 281.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

Наименование показателя	Норма для сорта		
	высшего ОКП 24 1222 0120	первого ОКП 24 1222 0130	второго ОКП 24 1222 0140
5. Массовая доля воды, %, не более	0,005	0,05	0,12
6. Массовая доля: кислот в пересчете на HCl, %, не более	0,0002	0,002	0,004
щелочей в пересчете на NH ₃ , %, не более	—	—	0,004
7. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,0008	0,002	0,004
8. Массовая доля железа, %, не более	0,0004	0,0004	—

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. 1,2-Дихлорэтан — легко воспламеняющаяся жидкость с температурой вспышки 9 °С и температурой самовоспламенения 413 °С. Область воспламенения смеси паров 1, 2-дихлорэтана с воздухом 6,2-16 % (по объему). При горении выделяют токсичные пары.

2.2. 1,2-дихлорэтан токсичен. Он обладает наркотическим действием, вызывает дистрофические изменения в печени, почках и других органах, может вызвать помутнение роговицы глаз. Проникает через неповрежденную кожу. Прием 1,2-дихлорэтана внутрь вызывает тяжелые или смертельные отравления.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров 1,2-дихлорэтана в воздухе рабочей зоны 10 мг/м³. Класс опасности 2 по ГОСТ 12.1.005. ПДК дихлорэтана в атмосферном воздухе: максимальная из разовых массовых концентраций примеси — 3 мг/м³, среднесуточная массовая концентрация примеси — 1 мг/м³, ПДК 1, 2-дихлорэтана в воде водоемов — 2 мг/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Производственное оборудование должно быть герметичным. Места взятия проб должны быть оборудованы местными отсосами.

2.4. Все производственные помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающей содержание паров дихлорэтана в пределах действующей ПДК. Покрытие стен и потолков не должно сорбировать пары 1,2-дихлорэтана.

2.5. Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой и средствами индивидуальной защиты.

2.6. При загорании 1, 2-дихлорэтана тушить распыленной водой или пеной.

2.7. Пролитый на пол продукт следует незамедлительно собрать с помощью песка или опилок, которые удалить из помещения. Загрязненный участок пола промыть водой.

2.8. Отходы производства 1,2-дихлорэтана подвергают термическому обезвреживанию или перерабатывают.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Технический 1,2-дихлорэтан принимают партиями. Партией считают любое количество однородного по своим показателям качества продукта, сопровождаемое одним документом о качестве.

Каждую железнодорожную цистерну 1,2-дихлорэтана принимают за партию.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта, его сорт;

номер партии;

дату изготовления;

количество упаковочных единиц в партии;

массу брутто и нетто;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;

классификационный шифр группы по ГОСТ 19433;
обозначение настоящего стандарта.

3.3. Для проверки соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта объем выборки — 10 % бочек, но не менее трех бочек.

Допускается изготовителю контролировать качество продукта по пробе, отобранной из емкости-хранилища товарного продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

3.5. Массовую долю 1,2-дихлорэтана для продукта 2-го сорта и массовую долю органических примесей определяют по требованию потребителя.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

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

Для приготовления градуировочных смесей допускается применять вещества, соответствующие определенным компонентам, с массовой долей основного вещества не менее 95 %.

Результаты анализа округляют до того десятичного знака, который указан в табл. 1.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Отбор проб

Точечные пробы из бочек отбирают стеклянной трубкой с оттянутым концом, погружая ее до дна бочки. Длина трубки должна обеспечивать отбор пробы по всей высоте слоя продукта.

Точечные пробы из железнодорожных цистерн отбирают из трех слоев (верхнего, среднего и нижнего) переносным металлическим пробоотборником любой конструкции.

Отбор проб из емкостей-хранилищ товарного продукта — по ГОСТ 2517. Допускается отбирать одну пробу с любого (верхнего, среднего или нижнего) уровня или с линии розлива.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Точечные пробы соединяют, тщательно перемешивают объединенную пробу и отбирают среднюю пробу объемом не менее 1 дм³. Среднюю пробу помещают в чистую сухую, плотно закрывающуюся склянку, на которую наклеивают этикетку с указанием:

наименования предприятия-изготовителя;
наименования продукта;
обозначения настоящего стандарта;
даты и места отбора пробы;
номера партии;
фамилии лица, отобравшего пробу.

4.3. Определение массовой доли 1,2-дихлорэтана и массовых долей органических примесей

Массовую долю 1,2-дихлорэтана определяют расчетным методом, вычитая из 100 % массовую долю органических примесей (в сумме) и воды.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.1. Массовую долю примесей в техническом 1,2-дихлорэтано определяют методом газожидкостной хроматографии.

Анализ 1,2-дихлорэтана осуществляют в две стадии на двух колонках. На первой колонке определяют все примеси, выходящие на хроматограмме до 1,2-дихлорэтана, на второй колонке — примеси, выходящие на хроматограмме после 1,2-дихлорэтана.

4.3.2. Аппаратура и реактивы

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка газохроматографическая стальная или стеклянная внутренним диаметром 3 мм, длиной 3 м (первая колонка) и 1 м (вторая колонка).

Весы лабораторные 2-го и 3-го классов точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 г соответственно.

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

С. 4 ГОСТ 1942—86

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

Интегратор электронный.

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

Микрошприц МШ-10 по ТУ 2.833.106.

Печь муфельная, обеспечивающая нагрев до температуры не менее 650 °С.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Секундомер.

Термометр любого типа, обеспечивающий измерение температуры в интервале от 40 до 70 °С, от 140 до 210 °С.

Термопара любого типа, обеспечивающая измерение температуры в интервале от 600 до 700 °С.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147 № 4 или 5.

Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до температуры не менее 200 °С.

Шприц медицинский стеклянный по ТУ 64—1—378.

Аллил хлористый по ТУ 6—09—3827.

Ацетон технический по ГОСТ 2768.

Бензол по ГОСТ 5955.

Винил хлористый технический по ТУ 6—01—14.

Винилиденхлорид технический по ТУ 6—01—19.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

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

Газ-носитель: гелий газообразный марки А по ТУ 51—940 или азот газообразный по ГОСТ 9293, или аргон газообразный по ГОСТ 10157.

1,2-Дихлорпропан.

1,2-Дихлорэтан для хроматографии по ТУ 6—09—2661.

Додекан для хроматографии по ТУ 6—09—4518.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

Метилен хлористый технический по ГОСТ 9968.

Метилэтилкетон для хроматографии по ТУ 6—09—782.

Носитель твердый: сферохром 1, сферохром 2 частицами размером 0,25—0,315 мм или любой другой носитель, обеспечивающий разделение и определение массовых долей компонентов с погрешностью не более, чем на указанных твердых носителях.

Серебро азотнокислое, раствор концентрации 0,1 моль/дм³ (готовят по ГОСТ 25794.3), подкисленный раствором азотной кислоты в соотношении 1 : 1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Трихлорэтилен технический по ГОСТ 9976.

1,1,2 -Трихлорэтан технический по ТУ 6—01—1130.

1,1,2,2-Тетрахлорэтан по ТУ 6—09—14—21—35.

Углерод четыреххлористый технический по ГОСТ 4.

Фаза неподвижная: полиэтиленгликоль 1500 для хроматографии или любая другая неподвижная фаза, обеспечивающая разделение и определение массовых долей компонентов с погрешностью не более, чем на указанных неподвижных фазах.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Этилен по ГОСТ 25070.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.3. Подготовка к анализу

4.3.3.1. Приготовление насадки и заполнение колонки

Твердый носитель сферохром-1 кипятят в колбе с обратным холодильником в растворе соляной кислоты в течение 3—4 ч, затем промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра), сушат в сушильном шкафу при температуре 150—200 °С в течение 2—3 ч, прокаливают 5—6 ч в муфельной печи при температуре 600—650 °С, охлаждают в эксикаторе и отсеивают фракцию 0,25—0,315 мм.

Неподвижную фазу наносят на твердый носитель следующим образом. Полиэтиленгликоль 1500, взятый в количестве 12—15 % от массы носителя для 1-й колонки и 3—5 % от массы носителя для 2-й колонки взвешивают и растворяют в хлористом метиле, ацетоне или хлороформе (результаты взвешиваний в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака).

Приготовленный раствор при непрерывном перемешивании приливают к твердому носителю, помещенному в выпарительную чашку. Объем растворителя должен быть таким, чтобы твердый носитель был полностью смочен раствором. Выпарительную чашку помещают на водяную баню и, непрерывно перемешивая ее содержимое, испаряют растворитель до сыпучего состояния насадки. Насадку досушивают в сушильном шкафу при $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение 30 мин.

Хроматографическую колонку промывают последовательно ацетоном, этиловым спиртом, эфиром и сушат.

Чистую хроматографическую колонку заполняют насадкой небольшими порциями, уплотняя ее вибратором. Концы заполненной колонки закрывают металлической сеткой или стеклотканью. Заполненную колонку устанавливают в термостат прибора, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 6—8 ч при температуре $140\text{—}150^\circ\text{C}$.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

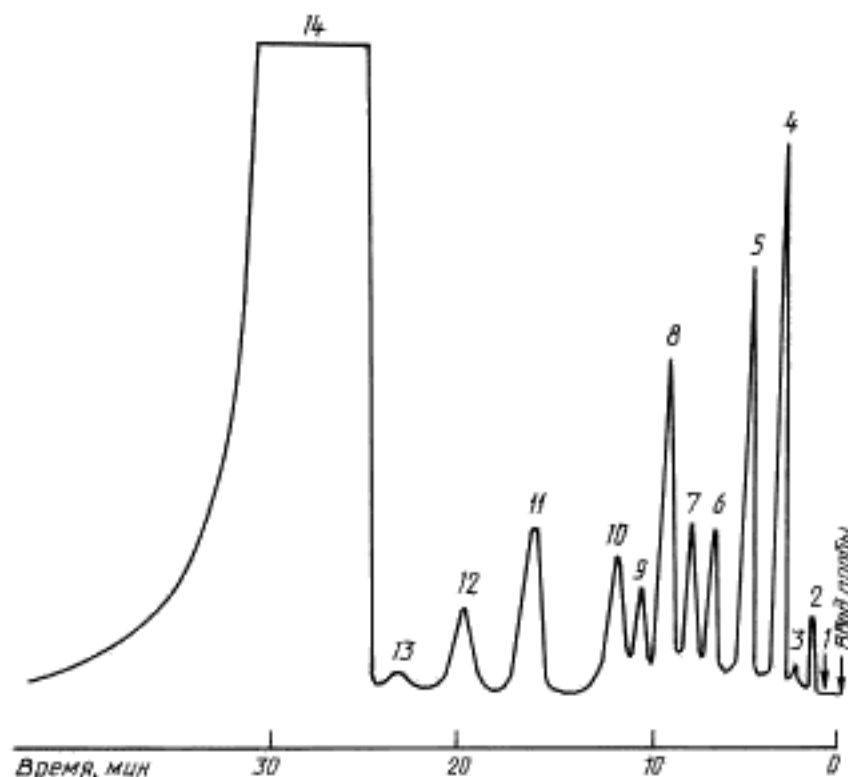
4.3.3.1а. Режим градуирования и работы хроматографа

Градуирование хроматографа и хроматографический анализ проводят при следующих условиях:

объемный расход газа-носителя, $\text{см}^3/\text{мин}$	30
соотношение объемных расходов газа-носителя и водорода	1 : 1
соотношение объемных расходов газа-носителя и воздуха	1 : 10
температура термостата колонок, $^\circ\text{C}$	60
температура испарителя, $^\circ\text{C}$	150—190
скорость движения диаграммной ленты, $\text{мм}/\text{ч}$	200—600
объем вводимой пробы:	
жидкой, мм^3	1—6
газовой, см^3	1—5

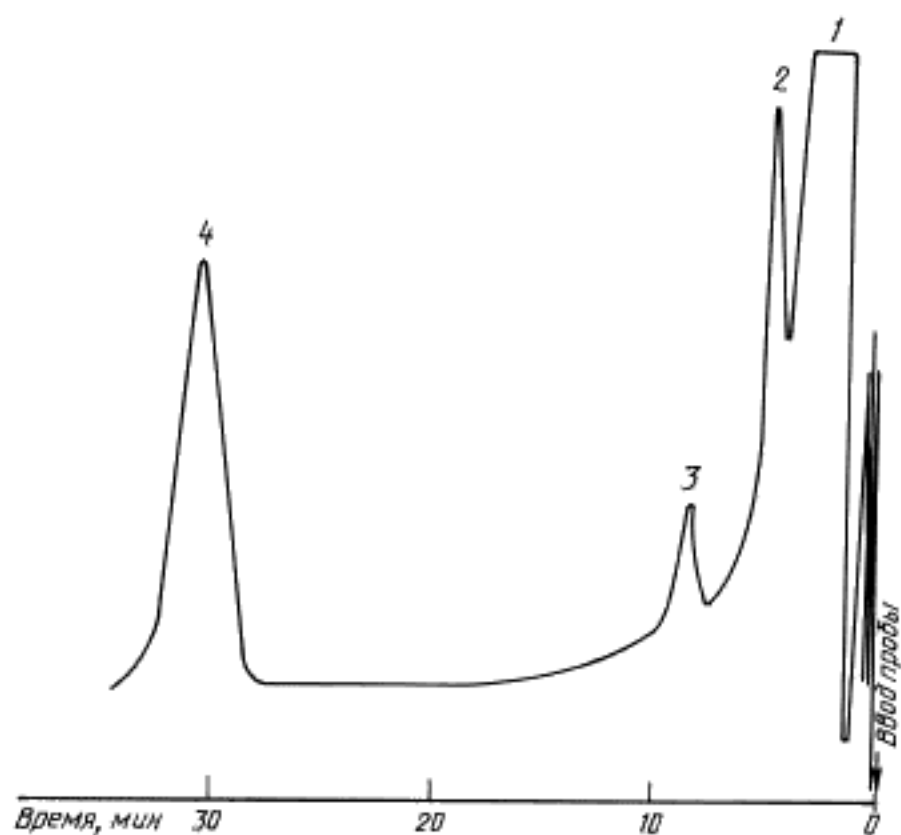
В зависимости от модели применяемого хроматографа, типа сорбента и состава анализируемого продукта в условия градуирования и работы хроматографа могут быть внесены изменения для достижения наиболее полного разделения компонентов и определения их массовой доли с погрешностью не более указанной в настоящем стандарте.

Типовые хроматограммы образцов 1,2-дихлорэтана приведены на черт. 1 и 2.



1 — этилен; 2 — винилхлористый; 3 — этил хлористый; 4 — винилиденхлорид; 5 — аллил хлористый; 6 — *транс*-1,2-дихлорэтилен; 7 — четыреххлористый углерод + 1,1-дихлорэтан; 8 — метилэтилкетон; 9 — метилен хлористый; 10 — бензол; 11 — трихлорэтилен; 12 — хлороформ + перхлорэтилен; 13 — 1,2-дихлорпропан; 14 — 1,2-дихлорэтан

Черт. 1



1 — 1,2-дихлорэтан; 2 — 1,1,2-трихлорэтан; 3 — додекан; 4 — 1,1,2,2-тетрахлорэтан

Черт. 2

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.3.3.2. Градуирование хроматографа

Массовые доли примесей определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов. В качестве «внутреннего эталона» для первой колонки используют метилэтилкетон, для второй — додекан. Допускается применять любые другие вещества, регистрируемые на хроматограмме в месте, свободном от наложения пиков определяемых компонентов.

Градуирование хроматографа проводят по 4—5 градуировочным смесям, содержащим определяемые компоненты (примеси) в концентрациях, близких к их концентрациям в продукте.

Градуировочные смеси с массовой долей определяемого компонента менее 0,1 % готовят в две стадии, применяя метод разбавления.

Градуировочные смеси из газообразных компонентов готовят объемным методом в стеклянных сосудах вместимостью 1—5 дм³, снабженных эластичной прокладкой и двухходовым краном. Сосуды помещают в защитный чехол.

Сосуд предварительно продувают воздухом, затем вакуумируют до остаточного давления 2,50—4,00 кПа (0,025—0,040 кгс/см²). Газообразные компоненты вводят в сосуд медицинским шприцем, при этом относительная погрешность измерения объема не должна превышать 7 %. «Внутренний эталон» массой около 0,01 г вводят в сосуд микрошприцем. Массу «внутреннего эталона» определяют по разности, взвешивая микрошприц до и после введения «внутреннего эталона» в сосуд. При взвешивании иглу микрошприца вкалывают в прокладку, применяемую для уплотнения, в испарителе хроматографа. Результаты взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака.

Сосуд с введенными в него компонентами заполняют воздухом (или инертным газом, или азотом) до давления 98—147 кПа (1,00—1,50 кгс/см²). Полученную смесь выдерживают в течение 30—45 мин.

Разбавление смеси проводят во втором сосуде аналогичным образом.

Погрешность приготовления градуировочной смеси с заданной концентрацией компонента (или эталона) не должна превышать 10 % относительно заданных концентраций.

Массу газообразного компонента, введенного в сосуд, (m_i) в граммах вычисляют по формуле

$$m_i = \rho_i \cdot V_i,$$

где ρ_i — плотность газообразного компонента при 20 °С, г/см³: хлористого винила — 0,000911; хлористого этила — 0,00088; этилена — 0,001174;

V_i — объем газообразного компонента, введенный в сосуд, см³.

Градуировочную смесь из жидких компонентов готовят гравиметрическим методом в стеклянном сосуде вместимостью 15—50 см³, снабженном прокладкой, устойчивой к агрессивной среде. Если сосуд не имеет навинчивающейся крышки, прокладку укрепляют с помощью зажимного устройства, которое не должно препятствовать вводу иглы микрошприца в сосуд.

В сосуд помещают последовательно 10—50 г 1,2-дихлорэтана и «внутренний эталон», взятый в количестве 0,005—0,7 % от массы 1,2-дихлорэтана. Смесь перемешивают, отбирают микрошприцем не менее двух раз необходимый объем и вводят в испаритель хроматографа для проверки хроматографической чистоты 1,2-дихлорэтана.

Далее к смеси добавляют определяемые компоненты. Полученную градуировочную смесь перемешивают и хроматографируют не менее двух раз.

Результаты всех взвешиваний в граммах записывают до четвертого десятичного знака.

Погрешность приготовления градуировочной смеси с заданной концентрацией компонента (или эталона) не должна превышать 3 % относительно заданных концентраций.

Допускается готовить градуировочные смеси другими способами и приемами с погрешностями их приготовления не выше установленных в настоящем стандарте.

Градуировочный коэффициент (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{ст}}{m_{ст} \cdot S_i},$$

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

$S_{ст}$, S_i — площади пиков «внутреннего эталона» и определяемого компонента соответственно, мм².

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

Допускается определять площадь пика с помощью электронного интегратора.

Площади пиков определяемых компонентов (S_i) при наличии их в 1,2-дихлорэтано, используемом для приготовления градуировочных смесей, вычисляют по формуле

$$S_i = S_{i_2} - S_{i_1} \cdot \left(\frac{S_{ст_2}}{S_{ст_1}} \right),$$

где S_{i_2} , S_{i_1} — площади пиков определяемого компонента на хроматограммах градуировочной смеси и исходного 1,2-дихлорэтана соответственно, мм²;

$S_{ст_2}$, $S_{ст_1}$ — площади пиков «внутреннего эталона» на хроматограммах градуировочной смеси и исходного 1,2-дихлорэтана соответственно, мм².

При отсутствии определяемых компонентов в исходном 1,2-дихлорэтано принимают $S_i = S_{i_2}$.

Градуировочный коэффициент каждого компонента определяют как среднее арифметическое результатов всех определений, вычисленных с точностью до второго десятичного знака.

Градуировочный коэффициент *транс*-1,2-дихлорэтилена принимают равным градуировочному коэффициенту винилиденхлорида.

Проверку градуировочных коэффициентов проводят при смене сорбента в колонках и изменении условий хроматографического определения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.4. Проведение анализа

10—100 г анализируемого продукта взвешивают в стеклянном сосуде, закрытом укрепленной прокладкой. В зависимости от массовых долей примесей в анализируемом продукте в сосуд вводят по 0,01—0,07 г метилэтилкетона и додекана. Результаты взвешиваний в граммах записывают до четвертого десятичного знака.

Приготовленную смесь перемешивают, отбирают необходимый объем и поочередно вводят в испарители первой и второй хроматографических колонок и хроматографируют при условиях, указанных в п. 4.3.3.2.

4.3.5. Обработка результатов

Массовую долю каждой примеси (X_j) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_j \cdot m_{ст} \cdot 100}{S_{ст} \cdot m},$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

S_j — площадь пика определяемой примеси, мм²;

$m_{ст}$ — масса навески «внутреннего эталона», г;

$S_{ст}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм²;

m — масса 1,2-дихлорэтана, взятая для анализа, г.

Массовую долю 1,2-дихлорэтана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - (\Sigma X_i + X_n),$$

где X_i — сумма массовых долей всех определяемых примесей, %;

X_n — массовая доля воды, %, определяемая, как указано в п. 4.6.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное при определении винилденхлорида — 0,0006 %, 1,2-дихлорпропана — 0,0011 %, хлористого аллила — 0,0004 %, суммы органических примесей — 0,024 %; 0,1 и 0,24 % для продуктов высшего, первого и второго сортов соответственно при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа при определении винилденхлорида $\pm 0,0006$ %, 1,2-дихлорпропана $\pm 0,001$ %; хлористого аллила $\pm 0,0002$ %, 1,2-дихлорэтана $\pm 0,003$ %; $\pm 0,11$, $\pm 0,2$ % для продуктов высшего, первого и второго сортов соответственно при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.3.4, 4.3.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3а. Определение массовой доли 1,2-дихлорэтана и массовых долей органических примесей

Массовую долю 1,2-дихлорэтана определяют расчетным путем по п. 4.3.

Массовые доли органических примесей определяют методом газожидкостной хроматографии на одной колонке с использованием режима линейного программирования температуры.

4.3а.1. Аппаратура и реактивы

Аппаратура и реактивы — по п. 4.3.2 со следующими дополнениями:

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

Носитель твердый: хроматон N-AW-DMCS размером частиц 0,20—0,25 мм или 0,25—0,315 мм или любой другой носитель с силанизированной поверхностью, обеспечивающий разделение и определение массовых долей компонентов с погрешностью не более, чем на указанном твердом носителе.

Фаза жидкая неподвижная: жидкость кремнийорганическая ПФМС-4 по ГОСТ 15866, адсорбент органоминеральный цезий — ЦПМ (CS — ЦПМ) по ТУ 88 УССР 191—030.

Гексил хлористый по ТУ 6—09—311.

Перхлорэтилен технический по ТУ 6—01—956.

Пентахлорэтан.

4.3а.2. Подготовка к анализу

4.3а.2.1. Приготовление насадки и заполнение колонки

Твердый носитель хроматон N-AW-DMCS отсеивают с помощью металлических сит и отбирают необходимую фракцию.

Взвешивают 9—10 г хроматона N-AW-DMCS, ПФМС-4 и адсорбент CS-ЦПМ, взятые в количестве 5 и 10 % от массы твердого носителя соответственно. Результаты взвешиваний в граммах записывают до второго десятичного знака.

Адсорбент CS-ЦПМ помещают в стаканчик для взвешивания и добавляют 10—15 см³ бензола. Полученную суспензию выдерживают в течение 3—5 ч в вытяжном шкафу. ПФМС-4 растворяют в 10—15 см³ хлороформа, к полученному раствору приливают суспензию адсорбента в бензоле. Затем смесь при непрерывном перемешивании добавляют к твердому носителю, помещенному в выпарительную чашку и смоченному бензолом.

Испарение растворителя, высушивание насадки, заполнение хроматографической колонки насадкой и стабилизацию ее в токе газа-носителя проводят по п. 4.3.3.1.

Далее в колонку вводят 3—5 раз по 10 мм³ хлороформа и не менее двух раз по 1 мм³ любой градуировочной смеси, приготовленной по п. 4.3.3.2.

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

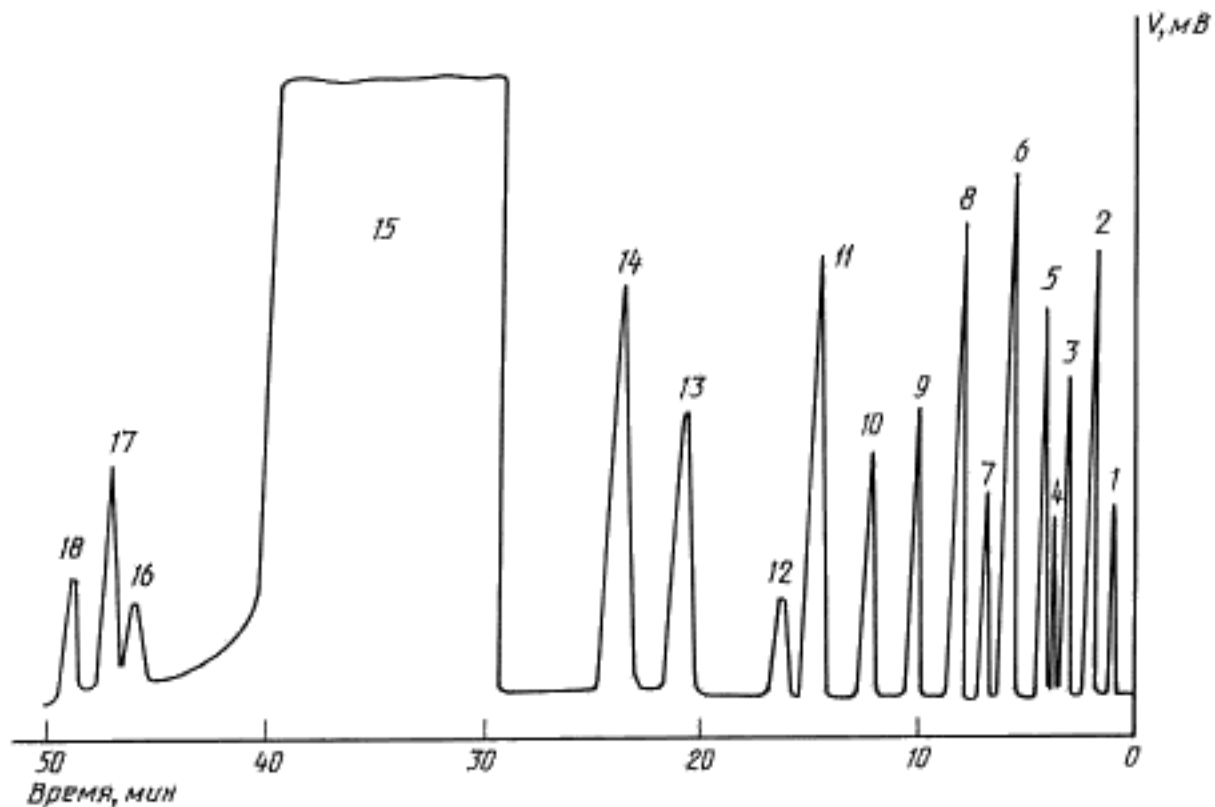
4.3а.2.2. Режим градуирования и работы хроматографа

градуирование хроматографа и хроматографический анализ проводят при следующих условиях:

объемный расход газа-носителя, см ³ /мин	18—20
соотношение объемных расходов газа-носителя и водорода	1 : 1
соотношение объемных расходов газа-носителя и воздуха	1 : 10
начальная температура термостата колонок ($t^{\text{н}}$), °С:	
в момент ввода пробы в испаритель ($t^{\text{в}}$)	25—30
через 5—6 мин после ввода пробы в испаритель ($t^{\text{г}}$)	60
скорость нагрева термостата колонок (в момент начала регистрации 1,2-дихлорэтана), °С/мин	2—5
конечная температура термостата колонок, °С	110
температура термостата детектора, °С	150
температура испарителя, °С	150—190
скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	260
объем вводимой пробы, мм ³	1
шкала записи хроматограммы, А	50 · 10 ⁻¹² — 10 · 10 ⁻¹⁰
Ом	1 · 10 ⁸ — 16 · 10 ⁸

Допускается изменять указанные условия работы хроматографа (см. п. 4.3.3.1а).
Типовая хроматограмма образца 1,2-дихлорэтана приведена на черт. 3.

Типовая хроматограмма 1,2-дихлорэтана



1 — этилен; 2 — хлористый винил; 3 — хлористый этил; 4 — *транс*-1,2 дихлорэтилен; 5 — винилденхлорид; 6 — хлористый аллил; 7 — четыреххлористый углерод; 8 — хлороформ + 1,1-дихлорэтан; 9 — трихлорэтилен; 10 — метилхлорид; 11 — бензол; 12 — перхлорэтилен; 13 — 1,2-дихлорпропан; 14 — хлористый гексил; 15 — 1,2-дихлорэтан; 16 — пентахлорэтан; 17 — 1,1,2-трихлорэтан; 18 — 1,1,2,2-тетрахлорэтан

Черт. 3

4.3а.2.3. Градуирование хроматографа

Массовые доли органических примесей определяют методом «внутреннего эталона». В качестве «внутреннего эталона» используют хлористый гексил. Градуирование хроматографа проводят по п. 4.3.3.2.