Изображение государственного Герба Республики Казахстан

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

–––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––––

**ТЕТРАХЛОРЭТИЛЕН**

**Технические условия и испытания**

СТ РК **DIN 53978**

*(DIN 53978:2005 Tetrachlorethylene - Specifications and tests, IDT)*

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения*

**Комитет технического регулирования и метрологии**

**Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан**

**(Госстандарт)**

**Нур-Султан**

**Предисловие**

**1** **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** РГП на ПХВ «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан от ………….. года №

**3** Настоящий стандарт идентичен немецкому стандарту DIN 53978:2005 Tetrachlorethylene - Specifications and tests (Тетрахлорэтилен. Технические условия и испытания).

Немецкий стандарт разработан техническим комитетом NAB 5 «Растворители» совместно в техническим комитетом NMP 564 «Испытания вспомогательных средств для химической чистки».

Перевод с немецкого языка (deu).

Официальные экземпляры немецких стандартов, на основе которых подготовлен (разработан) настоящий национальный стандарт и на которые даны ссылки, имеются в Едином государственном фонде нормативных технических документов.

Официальной версией является текст на государственном и русском языке.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылочные стандарты актуализированы

Степень соответствия - идентичная (IDT).

4 В настоящем стандарте реализованы нормы законодательства Республики Казахстан «О безопасности химической продукции» от 21 июля 2007 года N 302, ТР ЕАЭС 041/2017 «О безопасности химической продукции».

**5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном каталоге «Документы по стандартизации», а текст изменений и поправок* ***-*** *в периодически издаваемых информационных каталогах «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты».*

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

**ТЕТРАХЛОРЭТИЛЕН**

**Технические условия и испытания**

**Дата введения\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на стабилизированный тетрахлорэтилен с высокой чистотой 99,9, а также на стабилизированный тетрахлорэтилен с чистотой 99,5.

Специально стабилизированный тетрахлорэтилен не может быть испытан в соответствии с требованиями раздела 4 настоящего стандарта.

**2 Нормативные ссылки**

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

DIN 51405-2004 Testing of mineral oil hydrocarbons, similar liquids and solvents for paints and varnishes - Analysis by gas chromatography - General working principles (Испытание минеральных масляных углеводородов, аналогичных жидкостей и растворителей для лаков и красок. Анализ методом газовой хроматографии. Общие принципы работы)

DIN 51757-2011 Testing of mineral oils and related materials - Determination of density (Испытание минеральных масел и родственных продуктов. Определение плотности)

DIN 51777-1-1983 Testing of mineraloil hydrocarbons and solvents; determination of water content according to Karl Fischer; direct method (Углеводороды нефтяные и растворители. Часть 1. Прямой метод определения содержания воды по Карлу Фишеру)

DIN 53172-2009 Solvents for paints and varnishes - Determination of evaporation residue (Растворители для лаков и красок. Определение остаткa при выпаривании)

DIN EN ISO 6271-1-2005 Clear liquids - Estimation of colour by the platinum-cobalt scale - Part 1: Visual method(Жидкости прозрачные. Оценка цвета по платиново-кобальтовой шкале. Часть 1. Визуальный метод)

DIN EN ISO 6271-2-2005 Clear liquids - Estimation of colour by the platinum-cobalt scale - Part 2: Spectrophotometric method (Жидкости прозрачные. Оценка цвета по платиново-кобальтовой шкале. Часть 2. Спектрофотометрический метод)

DIN EN ISO 15528-2020 Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes – Sampling (Материалы лакокрасочные и сырье для них. Отбор проб)

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применяются (используются) термины по DIN 51405, а также следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1 Щелочность** (alkalinity): Определенное количество гидроксида натрия, которое эквивалентно объему соляной кислоты, необходимому для нейтрализации образца в приведенных условиях

***Проект, 1 редакция***

Примечание - Щелочность выражена в процентах по массе, исходя из объема образца, представленной для определения.

**4 Требования**

Требования, указанные в таблице 1, являются минимальными, если не указано иное.

Таблица 1 - Требования к тетрахлорэтилену

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Свойство** | **Требование** | **После испытания** |
| Внешний вид при комнатной температуре (от 18 °C до 28 °C) | чистый и свободный от нерастворенных веществ | 6.1 |
| Цвет (номер цвета по Хазену) | макс. 15 | 6.2 |
| Плотность при 20 °C Тетрахлорэтилен 99,9 г/мл | 1,620 - 1,625 | 6.3 |
| Тетрахлорэтилен 99,5 г/мл | 1,615 - 1,625 |
| Компоненты, определяемые методом газовой хроматографии Тетрахлорэтилен 99,9 г/мл % | 99,90 ± 0,02a, c | 6.4 |
| Тетрахлорэтилен 99,5 г/мл % | 99,50 ± 0,05b, c |
| Щелочность % | макс. 0,003  Тетрахлорэтилен не должен вступать в кислую реакцию. | 6.5 |
| Содержание воды % | макс. 0,005 | 6.6 |
| Остаток испарения % | макс. 0,005 | 6.7 |
| Свободный хлор | необнаружимый | 6.8 |
| a Сумма концентраций 1,1,1-трихлорэтана и трихлорэтена не должна превышать (0,025 ± 0,003)%.  b Сумма концентраций 1,1,1-трихлорэтана и трихлорэтена не должна превышать (0,10 ± 0,005)%.  c В данном контексте стабилизаторы, которые не могут быть обнаружены описанным методом газовой хроматографии, например, амины, производные фенола, остаток от испарения и содержание воды не учитываются. | | |

**5 Отбор проб**

Отобрать репрезентативный образец для испытания в соответствии с DIN EN ISO 15528.

Отобрать пробу из емкостей объемом менее 5 м3 с помощью сифона.

Примечание - Следует отметить, что если вода присутствует в более высокой концентрации, чем соответствует растворимости тетрахлорэтена, то вода может адсорбироваться как отдельная фаза на поверхности контейнера и, следовательно, не регистрируется при обычном отборе проб.

Если партия для испытаний состоит из нескольких контейнеров с содержанием менее 5 м3, отдельные пробы объединяются для образования средней пробы в соответствии с DIN EN ISO 15528.

При отборе проб из контейнеров объемом более 5 м3 отбирают пробу на месте утечки у выпускного патрубка ёмкости и верхнюю пробу в слое до 15 см ниже поверхности исследуемого материала. См. также вышеприведенное примечание.

Объём пробы в каждом случае должен составлять 1 л.

В коричневые бутылки с крутым горлышком с завинчивающимися крышками и уплотняющим вкладышем из ПТФЭ до краев, чтобы не было парового пространства над жидкостью. Бутылки должны храниться в защищенном от света месте. Если необходимо закрыть крышку флакона, убедитесь, что любое загрязнение содержимого флакона исключено.

**6 Испытание**

**6.1 Внешний вид**

Визуально проверить образец перпендикулярно свету, проходящему через него, на прозрачность, наличие взвешенных или эмульгированных веществ и осадка.

**6.2 Цвет**

Определите номер цвета по Хазену (метод APHA) в соответствии с DIN EN ISO 6271-1 или DIN EN ISO 6271-2. В отличие от DIN EN ISO 6271-1 и DIN EN ISO 6271-2, номер цвета по Хазену не округляется до ближайшего целого числа, кратного десяти.

**6.3 Плотность**

Определите плотность с помощью ареометра или пикнометра в соответствии с DIN 51757.

**6.4 Компоненты, определяемые с помощью газовой хроматографии**

**6.4.1 Приборы**

- Газовый хроматограф традиционной конструкции с детектором теплопроводности (ДТП) и компенсационный самопишущий прибор с интегратором.

- Разделительная колонка: макрокапиллярная колонка.

Пример макрокапиллярной колонки: кварцевая капиллярная колонка длиной 30 м с внутренним диаметром 0,53 мм с внутренним покрытием из цианофенилдиметилсиликона (3-3-94%), толщина пленки 1 г или 3 г.

- Детектор: только при использовании детектора теплопроводности (ДТП) пропорции площадей пиков приблизительно соответствуют массовым пропорциям.

- Шприц для инъекций: шприц для микроинъекций, с объёмом 1 г, 5 г или 10 г, деление шкалы 0,1 гл.

**6.4.2 Реагенты для приготовления пробы**

Реагенты, используемые для назначения и калибровки, должны быть следующей чистоты:

- Тетрахлорэтилен не менее 99,9% (массовая доля)

- Трихлорэтилен мин. 99% (массовая доля)

- 1,1,1-трихлорэтан не менее 99% (массовая доля)

- н-бутилацетат не менее 99% (массовая доля)

**6.4.3 Проведение испытания**

**6.4.3.1 Настройка приборов**

Настройка газового хроматографа зависит от приборов; информация, предоставленная производителем устройства, должна быть соблюдена.

Условия испытания, приведенные в таблице 2, зарекомендовали себя при использовании макрокапиллярной колонки, описанной в п. 6.4.1.

Таблица 2 - Условия испытания

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | **I** | **II** |
| Температура: |  |  |
| Блок впрыскивания | 150 °C | 150 °C |
| Детекторный блок | 200 °C | 150 °C |
| Колонная печь: |  |  |
| Начальная температура | 50 °C  o | 50 °C |
| Изотермичность | 4 мин | 10 мин |
| Программа | 5 °C/мин | 5 °C/мин |
| Конечная температура | 140 °C | 140 °C |
| Время испытания | 30 мин | 30 мин |
| Газ-носитель | гелий | гелий |
| Коэффициент разделения | без раскола | без раскола |
| Скорость потока | около 10 мл/мин | около 10 мл/мин |
| Количество образца | 0,2 μл - 0,3 μл | 0,2 μл |

**6.4.3.2 Калибровка**

Для проверки работоспособности газового хроматографа и системы оценки готовят испытательную смесь, добавляя и разбавляя реагенты, перечисленные в 6.4.2. По объему смесь состоит из тетрахлорэтена на 99,9%, трихлорэтена на 0,05% и 1,1,1-трихлорэтана на 0,05%. Данная смесь используется для определения компонентов, появляющихся на газовой хроматограмме, в соответствии с их временем удерживания (см. DIN 51405).

Объём дозируемой испытательной смеси должен быть определён таким образом, чтобы не нарушалась линейность детектора и интегратора.

**6.4.3.3 Предел количественного определения**

Чувствительность прибора должна быть настроена так, чтобы уровни сигнала для объемных долей 0,005% трихлорэтана или 0,005% 1,1,1-трихлорэтана были как минимум вдвое выше уровня шума нулевой линии.

**6.4.3.4 Разрешающая способность разделительной колонны**

Для определения содержания посторонних растворителей в тетрахлорэтене растворяющая способность R разделительной колонки с использованием метода минимальной пайки (см. DIN 51405) для пары присутствующих веществ тетрахлорэтилен / н-бутилацетат 99: 1 должна быть больше чем 0,8.

**6.4.3.5 Анализ результатов**

Все площади пиков определяются автоматическим интегрированием в соответствии с DIN 51405 и нормализуются до 100%. Если следовать описанной выше процедуре, поправочный коэффициент устанавливается равным 1.

Особое внимание следует обращать на присутствие при анализе высококипящих компонентов с температурой кипения выше 121 °C.

Пропорции Ci тетрахлорэтена, трихлорэтена и 1,1,1-трихлорэтана определяются без идентификации и, следовательно, без учета факторов, зависящих от вещества (f = 1) в соответствии с DIN 51405 в процентах от площадей пиков в соответствии с уравнением (1):

(1)

Ai - площадь пика компонента i.

В сомнительных случаях необходимо указать отдельные компоненты.

**6.5 Щелочность**

**6.5.1 Приборы**

Обычное лабораторное оборудование.

**6.5.2 Реагенты**

- индикаторный раствор бромфенолового синего: 0,04% в этаноле,

- раствор гидроксида натрия, c (NaOH) = 0,01 моль/л,

- соляная кислота, c (HCl) = 0,1 моль/л.

**6.5.3 Подготовка к испытанию**

Для нейтрализации воды, используемую для определений, добавьте четыре-пять капель индикаторного раствора бромфенолового синего в 50 мл воды и титруйте раствором гидроксида натрия 0,01 моль/л, пока цвет не изменится на зеленый.

**6.5.4 Проведение испытания**

Налейте 50,0 мл воды, доведенной до уровня бромфенолового синего, в колбу Эрленмейера на 250 мл со стеклянной пробкой и добавьте 100 мл пробы (объем V1) и от трех до пяти капель индикаторного раствора бромфенолового синего. После закрытия колбы Эрленмейера стеклянной пробкой встряхивайте в течение 2 минут. Затем титровать 0,01 моль/л соляной кислотой при перемешивании до тех пор, пока цвет не изменится с синего на желтый (объем V2).

**6.5.5 Обработка результатов**

По полученным значениям рассчитайте щелочность, выраженную как массовая доля гидроксида натрия (NaOH) в процентах, в соответствии с уравнением (2):

(2)

где

V1 - объем тетрахлорэтилена в миллилитрах, использованный для определения;

V2 - объем 0,1 моль/л соляной кислоты в миллилитрах, использованный для титрования;

ρ20 - плотность тетрахлорэтилена в граммах на миллилитр при 20 °C;

0,040 - стехиометрический коэффициент.

**6.6 Содержание воды**

Содержание воды определяется по Карлу Фишеру, прямым методом согласно DIN 51777-1.

Примечание - Если содержание воды, обнаруженное в результате этой процедуры, чрезмерно высокое, это может быть связано с помехами со стороны системы стабилизатора. В этом случае проверяется следующее:

Несколько миллилитров образца охлаждают до 0 °C в пробирке на охлаждающей бане со смесью ледяной воды в качестве охлаждающей жидкости и выдерживают при этой температуре в течение 10 минут при перемешивании термометром с градуировкой 0,5 °C. Образец должен оставаться прозрачным в проходящем свете и не иметь мутности. Мутность при 0 °C соответствует массовой доле воды более 0,004%.

**6.7 Остаток после испарения**

Выполнить испытание согласно DIN 53172.

**6.8 Свободный хлор**

**6.8.1 Реагенты**

- насыщенный раствор йодида калия в ацетоне,

- раствор крахмала: смешайте 2 г чистого растворимого крахмала или картофельного крахмала с водой до образования жидкой пасты. Добавить 1 литр кипятка и 1 г салициловой кислоты. Продолжать процедуру, пока раствор не станет прозрачным. После остывания его хранят в закрытой ёмкости.

**6.8.2 Проведение испытания**

Добавить 5 мл пробы к 5 мл раствора йодида калия, насыщенного ацетоном в пробирке. Смесь должна оставаться бесцветной. Любое выделение йода приводит к слабому желтому окрашиванию, которое можно сделать более заметным как синее окрашивание с раствором крахмала. Полученный синий оттенок не должен быть темнее холостого образца с 5 мл раствора йодида калия, насыщенного ацетоном и раствором крахмала с добавлением 5 мл бесхлорного тетрахлорэтилена (например, промытого дистиллированной водой).

**7 Протокол испытаний**

Протокол испытаний должен включать как минимум следующую информацию:

a) тип и обозначение образца;

b) ссылка на настоящий стандарт (DIN 53978);

c) результаты испытаний согласно разделам 4 и 6;

d) любое отклонение от установленных процедур;

e) дата испытания.

**МКС 71.080.20 (IDT)**

**Ключевые слова:** тетрахлорэтилен, щелочность, испытания

|  |
| --- |
| **МКС 71.080.20 (IDT)**  **Ключевые слова:** тетрахлорэтилен, щелочность, испытания |

**РАЗРАБОТЧИК**

РГП на ПХВ «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**Заместитель**

**Генерального директора С. Радаев**

**Руководитель**

**Департамента стандартизации/**

**Руководитель разработки С. Карибжанова**

**Ведущий специалист**

**Департамента стандартизации Б. Убиштаева**