ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЭТИЛБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 9385—77

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.7 : 547.534.1 : 006.354 Группа Л21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЭТИЛБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Ethylbenzene technical. Specifications

ГОСТ 9385—77

Взамен ГОСТ 9385—60

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 сентября 1977 г. № 2310 срок действия установлен

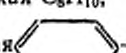
с 01.01. 1979 г.
до 01.01. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

до 01.01.89

Настоящий стандарт распространяется на технический этилбензол, получаемый при алкилировании бензола этиленом или этиленовой фракцией в присутствии хлористого алюминия и предназначенный для синтеза стирола и окиси пропилена.

Формулы: эмпирическая C_8H_{10},

структурная 

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 106,17.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Этилбензол должен изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Март 1979 г.

© Издательство стандартов, 1979

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		Метод анализа
	Высший сорт	1-й сорт	
1. Внешний вид	Бесцветная прозрачная однородная жидкость		По п. 3.3
2. Реакция водной вытяжки	Нейтральная		По п. 3.4
3. Плотность при 20°С, г/см³	0,866—0,870		По ГОСТ 18995.1—73*
4. Массовая доля этилбензола, %, не менее	99,8	99,5	По п. 3.5
5. Массовая доля изопропилбензола и высших углеводородов, %, не более	0,01	0,03	По п. 3.5
6. Массовая доля серы, %, не более	0,0003	Не определяют	По ГОСТ 13380—67
7. Массовая доля железа, %, не более	0,00001	То же	По ГОСТ 10555—75 и п. 3.6 настоящего стандарта
8. Массовая доля хлора, %, не более	0,0005	0,0010	По п. 3.7

Примечание. Норма по массовой доле хлора в этилбензоле 1-го сорта, получаемом из сырья коксохимического производства, должна быть не более 0,0015 %.

* Действует до 01.07. 1979 г.

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Этилбензол принимают партиями. Партией считают любое количество этилбензола, однородного по показателям качества, сопровождаемого одним документом о качестве. При поставке продукта в цистернах каждую цистерну считают партией.

2.2. Каждая партия этилбензола должна сопровождаться документом, удостоверяющим соответствие качества продукта требованиям настоящего стандарта.

Документ должен содержать:

а) наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак;

б) наименование продукта и его сорт;

в) номер партии и дату изготовления;

г) результаты проведенных анализов и подтверждение о соответствии качества этилбензола требованиям настоящего стандарта;

д) массу брутто и нетто;

е) обозначение настоящего стандарта;

ж) надпись «Огнеопасно».

2.3. Для проверки качества продукта отбирают 10% единиц продукции от партии, но не менее трех, если партия состоит менее чем из 30 единиц продукции.

2.4. Массовые доли серы и железа определяют только в этилбензоле, предназначенном для производства окиси пропилена.

2.5. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ по всем показателям на удвоенной выборке от той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. Разовые пробы отбирают из бочек при помощи сухого стеклянного дрота. Пробу из цистерны отбирают пробоотборником по всей высоте продукта.

3.2. Разовые пробы соединяют вместе и тщательно перемешивают. Масса средней пробы должна быть не менее 1 л. Среднюю пробу делят на две части, одну из которых передают в лабораторию для анализа, другую хранят два месяца на случай возникновения разногласий в оценке качества продукта.

3.3. Внешний вид определяют сравнением этилбензола и дистиллированной воды (ГОСТ 6709—72), налитых в одинаковые цилиндры из бесцветного стекла диаметром 30—40 мм, в проходящем свете.

3.4. Определение реакции водной вытяжки

3.4.1. *Аппаратура и реактивы*

Воронка делительная по ГОСТ 8613—75, вместимостью 250 мл.

Цилиндры по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 и 50 мл.

Стаканы стеклянные по ГОСТ 10394—72, вместимостью 50 мл.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Конго красный (индикатор) по ГОСТ 5552—74, 0,1%-ный водный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

3.4.2. *Проведение анализа*

25 мл анализируемого этилбензола помещают в делительную воронку, добавляют 50 мл воды и энергично взбалтывают в течение 1—3 мин. После отстаивания водного слоя его сливают в два стакана.

В один стакан добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина, в другой добавляют 2—3 капли раствора конго красного.

Этилбензол считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если первая проба в стакане не окрасилась в малиновый цвет, вторая — в синий.

3.5. Определение массовой доли этилбензола, изопропилбензола и высших углеводородов

3.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Хроматограф газовый с детектором ионизации в пламени, чувствительностью по току не ниже 10^{-9} А.

Колонка газохроматографическая из нержавеющей стали длиной 3 или 5 м, внутренним диаметром 3 или 4 мм по ГОСТ 16285—74 (тип 2).

Микрошприц вместимостью 10 мкл.

Линейка измерительная по ГОСТ 427—75.

Лупа измерительная по ГОСТ 8309—75.

Секундомер.

Набор сит «Физприбор».

Стакан стеклянный по ГОСТ 10394—72, вместимостью 50 мл.

Колба ККШ-500 по ГОСТ 10394—72.

Холодильник типа ХШ-КШ по ГОСТ 9499—70.

Печь трубчатая с температурой нагрева до 1200°С.

Ступка 6 и пестик 6 по ГОСТ 9147—73.

Кирпич диатомитовый зернами размером 0,3—0,4 мм, хроматон N или N—AW, зернами размером 0,25—0,315 мм (твердый носитель).

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., 20%-ный раствор.

Эфир ди-2-этилгексиловый себациновой кислоты для хроматографии (жидкая фаза).

н-Гексан, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Бензол по ГОСТ 5955—75, х. ч.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Этилбензол для хроматографии, ч. д. а.

о-Ксилол, ч.

н-Нонан, х. ч.

Изопропилбензол, ч.

Диэтилбензол, ч.

Азот по ГОСТ 9293—74 (газ-носитель).

Водород технический по ГОСТ 3022—70 марки А.

Воздух сжатый по ГОСТ 11882—73.

3.5.2. *Подготовка к анализу*

Для удаления ионов железа диатомитовый кирпич помещают в круглодонную колбу и заливают двукратным объемом раствора соляной кислоты. После этого колбу подсоединяют к обратному холодильнику и содержимое колбы кипятят до тех пор, пока раствор кислоты не станет темно-бурым. Затем жидкий слой сливают, заливают свежую порцию кислоты и снова кипятят. Операцию повторяют, пока раствор кислоты после кипячения не оста-

нется светлым, после этого кирпич промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции.

Обработанный носитель в фарфоровой чашке помещают в сушильный шкаф и сушат 3 ч при 105—110°С. Затем его прокаливают в трубчатой печи в течение 3 ч при 1050±10°С. Цвет носителя после прокаливания должен быть серовато-белый.

Для приготовления насадки взвешивают в стакане ди-2-этилгексиловый эфир себациновой кислоты в количестве 10% от массы носителя с погрешностью не более 0,0002 г и растворяют в этиловом спирте. Носитель, взвешенный с погрешностью не более 0,01 г, помещают в круглодонную колбу, заливают полученным раствором и добавляют столько растворителя, чтобы весь носитель был покрыт им. Смесь перемешивают 30 мин встряхиванием, а затем испаряют на водяной бане основную массу растворителя при непрерывном перемешивании.

Для полного удаления растворителя колбу с насадкой подсоединяют к водоструйному или вакуум-насосу на 30 мин.

Затем приготовленной насадкой заполняют колонку при легком постукивании по ней или пользуясь вибратором.

3.5.3. *Проведение анализа*

Условия градуировки и работы хроматографа указаны в табл. 2.

Таблица 2

Параметры	Колонка длиной 5 м		Колонка длиной 3 м	
	внутренним диаметром 4 мм	внутренним диаметром 3 мм	внутренним диаметром 4 мм	внутренним диаметром 3 мм
Температура термостата, °С	118—120		98—100	
Температура испарителя, °С	200—220			
Расход газа-носителя, поступающего в колонку, мл/мин	115—120	48—50	95—100	48—50
Объем вводимой пробы, мкл, не более	2			
Скорость передвижения диаграммной ленты, мм/ч	180—240			
Продолжительность анализа, мин	60			

20 г анализируемого этилбензола взвешивают в колбе с резиновыми уплотнениями или с притертой пробкой с погрешностью не более 0,0002 г, туда же с помощью микрошприца добавляют 7—10 мкл *н*-гексана и взвешивают с той же погрешностью. Затем смесь тщательно перемешивают и вводят в хроматограф.

3.5.4. *Обработка результатов*

Массовую долю примесей в этилбензоле определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов. В качестве «внутреннего эталона» используют *н*-гекеан. При обнаружении в анализируемом этилбензоле *н*-гексана в качестве «внутреннего эталона» могут быть использованы гептан, октан или нонан. Градуировочный коэффициент (K_1) для каждого компонента находят по искусственным смесям, содержащим 0,01—0,05% каждой примеси.

Градуировочный коэффициент каждого компонента (K_1) вычисляют по формуле

$$K_1=\frac{X_1 \cdot S_{эт}}{X_{эт} \cdot S_1},$$

где X_1 — массовая доля компонента в искусственной смеси, %;

$S_{эт}$ — площадь пика *н*-гексана, мм²;

$X_{эт}$ — массовая доля *н*-гексана в искусственной смеси, %;

S_1 — площадь пика определяемого компонента, мм².

Площадь пика компонента (S_1) и эталона ($S_{эт}$) вычисляют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты.

Массовую долю каждой примеси (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1=K_1\frac{S_1 \cdot m_{эт} \cdot 100}{S_{эт} \cdot m_1},$$

где K_1 — градуировочный коэффициент компонента;

S_1 — площадь пика определяемой примеси, мм²;

$S_{эт}$ — площадь пика *н*-гексана, мм²;

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

m_1 — масса анализируемой пробы, г.

Массовую долю этилбензола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=100-\Sigma X_1,$$

где ΣX_1 — суммарная массовая доля органических примесей, %.

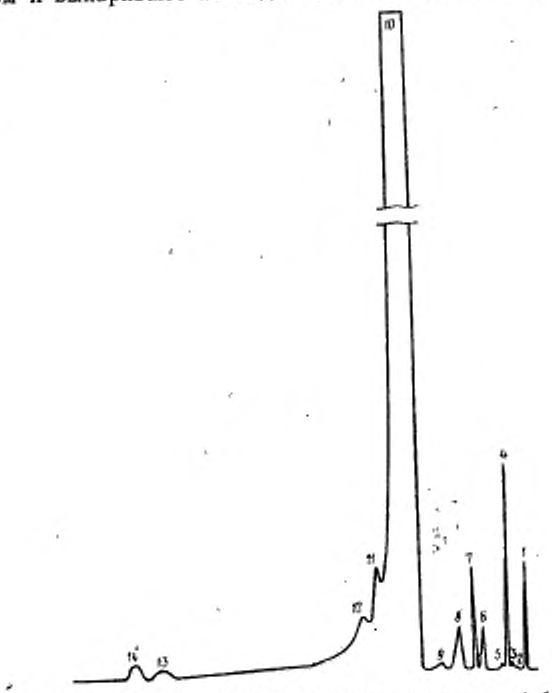
Порядок выхода примесей этилбензола указан на хроматограмме (черт. 1).

При наличии в анализируемом этилбензоле *о*-ксилола *м*- и *п*-ксилолы на хроматограмме не фиксируются. Массовую долю их вычисляют косвенно, и она равна пятикратной массовой доле *о*-ксилола.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10—15% относительно вычисляемой величины.

3.6. Определение массовой доли железа

100 г анализируемого этилбензола, отфильтрованного от механических примесей, выпаривают досуха в платиновой чашке вместимостью 150—200 мл (ГОСТ 6563—75) на водяной бане. Чашку помещают в муфельную печь и выдерживают 15 мин при 500—550°С. После охлаждения к сухому остатку добавляют 1 мл соляной кислоты (ГОСТ 3118—77), прикрывают чашку часовым стеклом и выпаривают на водяной бане в течение 30 мин. Затем



1—гексан; *2, 3, 5, 6, 8, 9*—парафиновые углеводороды; *4*—бензол; *7*—толуол; *10*—этилбензол; *11*—о-ксилол; *12*—изопропилбензол; *13*—м-диэтилбензол; *14*—п-диэтилбензол

Черт. 1

водой смывают часовое стекло в чашку, выпаривают раствор до одной капли, туда же добавляют 5—10 мл воды и количественно переносят содержимое чашки в мерный цилиндр, доводя объем его до 20 мл водой.

Далее определение проводят по ГОСТ 10555—75, 2,2′-дипиридиловым или 1,10-фенантролиновым методом.

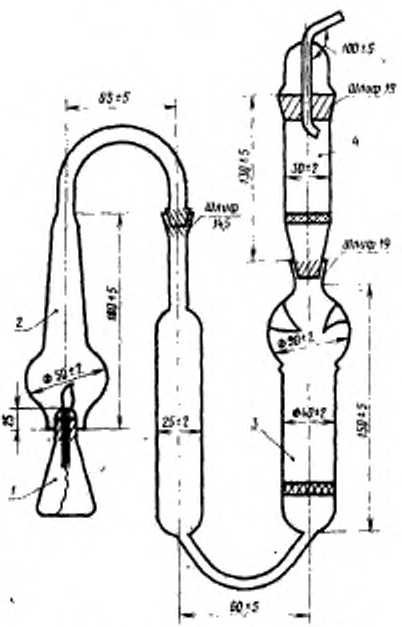
3.7. Определение массовой доли хлора

3.7.1. *Сущность метода*

Метод основан на сжигании этилбензола ламповым методом и образовании опалесценции хлористого серебра при взаимодействии азотнокислого серебра с ионами хлора.

3.7.2. *Приборы, реактивы и растворы*

Прибор для сжигания (черт. 2), состоящий из колбочки вместимостью 30—50 мл, в пробку которой впаяно сопло диаметром 5—7 мм, лампового стекла, поглотителя со стеклянной пористой пластинкой № 1 и брызгоулавливателя с такой же пористой пластинкой.



1—колбочка с фитилем; *2*—ламповое стекло; *3*—поглотитель с пористой пластинкой; *4*—брызгоулавливатель

Черт. 2

Прибор и посуду перед анализом тщательно моют и споласкивают дистиллированной водой.

Насос вакуумный или водоструйный.

Фотоэлектроколориметр-нефелометр типа ФЭК-Н-56, ФЭК-56М.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 мл.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Колбы 2—25 и 2—1000 по ГОСТ 1770—74.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., 25%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 н. раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия гидрат окиси, 0,01 н. растворы.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.7.3. *Подготовка к анализу*

3.7.3.1. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят раствор хлористого натрия в воде, содержащий 1 мг хлора в 1 мл раствора, по ГОСТ 4212—76. Разбавлением полученного раствора в 100 раз готовят раствор, содержащий в 1 мл 0,01 мг хлора. Раствор готовят перед применением. Из него приготовляют растворы сравнения следующим образом: в мерные колбы вместимостью 25 мл вносят 1, 2, 3, 4 и 5 мл раствора хлористого натрия и доводят объем до 15 мл дистиллированной водой. В каждую колбу добавляют по 1 мл растворов азотной кислоты и азотнокислого серебра, доводят объемы растворов водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют на 20 мин в темноте для полного выделения хлористого серебра.

Затем переводят раствор сравнения в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм и измеряют оптическую плотность по отношению к контрольному раствору, не содержащему хлористого натрия, при синем светофильтре (№ 3 для ФЭК-56).

Строят градуировочный график, откладывая на оси ординат оптическую плотность, а на оси абсцисс — соответствующую массу хлора в миллиграммах.

3.7.4. *Проведение анализа*

В поглотитель вносят 10 мл раствора щелочи, закрывают его брызгоулавливателем, в который налито 1—2 мл дистиллированной воды. Брызгоулавливатель закрывают пришлифованной пробкой со вставленной стеклянной трубкой, соединяющейся с вакуумным насосом. Включают вакуумный насос и регулируют скорость подачи воздуха таким образом, чтобы через раствор щелочи проходили частые пузырьки, но не было сильного разбрызгивания раствора.

В колбу, предназначенную для сжигания этилбензола, вносят 2—5 г этилбензола и 7—16 мл этилового спирта (соотношение

этилбензола к спирту 1 : 3). Закрывают колбу пришлифованной пробкой со вставленным в нее фитилем из хлопчатобумажных ниток, которые предварительно обрабатывают 5%-ным раствором азотной кислоты 5—10 мин, промывают дистиллированной водой и высушивают.

Фитиль поджигают и подставляют колбу под ламповое стекло. Количество ниток в фитиле и скорость подачи воздуха подбирают так, чтобы образец горел спокойным некоптящим пламенем. Во время сжигания пробы фитиль должен быть на 1—3 мм ниже края сопла горелки. Между ламповым стеклом и горлом колбы должен быть зазор 5—8 мм. После того, как содержимое колбы сгорит, добавляют в нее 1—2 мл этилового спирта, зажигают фитиль и снова подставляют колбу под ламповое стекло. По окончании сгорания этилового спирта содержимое поглотителя и брызгоулавливателя сливают в мерный цилиндр вместимостью 50 мл.

Обмывают поглотитель и брызгоулавливатель 3—4 мл дистиллированной воды, сливая промывные воды в тот же цилиндр. Поглотительный раствор после сжигания должен быть прозрачным.

Если объем раствора в цилиндре превышает 20 мл, его упаривают до 20 мл. Весь раствор помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, добавляют по 1 мл растворов азотной кислоты и азотнокислого серебра, перемешивают и поступают далее, как при построении градуировочного графика, измеряя оптическую плотность по отношению к дистиллированной воде.

Аналогично проводят контрольный опыт, взяв для сжигания такое же количество этилового спирта, какое израсходовано на анализ. При этом оптическую плотность измеряют также по отношению к дистиллированной воде. К одному вакуумному насосу можно одновременно подсоединить несколько установок через распределительную гребенку.

По разности оптической плотности результатов, полученных в рабочем и контрольном опыте, находят на графике массовую долю хлора в миллиграммах.

3.7.5. *Обработка результатов*

Массовую долю хлора (X_1) в процентах, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{1000 \cdot V \cdot \varrho},$$

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

V — объем пробы, мл;

ϱ — плотность этилбензола, г/см^3.

Минимальная определяемая массовая доля хлора 0,0002%.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10% относительно вычисляемой величины.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Этилбензол упаковывают, маркируют, транспортируют и хранят в соответствии с ГОСТ 1510—76.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие поставляемого этилбензола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения этилбензола — один год со дня изготовления.

По истечении гарантийного срока этилбензол перед использованием должен быть проверен на соответствие его качества требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Этилбензол — легковоспламеняющаяся жидкость с ароматическим запахом.

Температура вспышки 24°С, температура самовоспламенения 432°С.

Пределы воспламенения, % (объемные доли):

нижний — 1,03, верхний — 6,13.

Пределы взрываемости паров этилбензола в смеси с воздухом, % (объемные доли): нижний — 0,9; верхний — 3,9.

6.2. Этилбензол обладает общетоксическим действием. Наркотик. Предельно допустимая концентрация паров этилбензола в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) — 5,0 мг/м^3. При превышении ПДК вызывает поражение крови и кроветворных органов, раздражение слизистых оболочек, головную боль, головокружение, боли в области сердца, раздражение кожи.

6.3. Этилбензол может попадать в организм работающих через органы дыхания и кожу.

Индивидуальными средствами защиты являются фильтрующий противогаз марки А или БКФ и спецодежда.

6.4. При попадании этилбензола на кожу следует смыть его струей воды, а затем смазать кожу смягчающим кремом.

6.5. В помещениях, где проводят работы с этилбензолом, запрещается курение, применение открытого огня и инструментов, дающих при ударе искру. Оборудование должно быть герметизировано, производственное помещение обеспечено соответствующей вентиляцией. Искусственное освещение должно быть выполнено во взрывобезопасном исполнении.

6.6. Места отбора технологических проб должны быть оборудованы укрытиями с вытяжной вентиляцией.

6.7. При розливах и загорании этилбензола необходимо применять следующие средства и способы тушения: песок, специальную химическую пену, водяной пар, инвертный газ, асбестовое одеяло.

6.8. Запрещается применение сжатого воздуха при сливе и перекачке этилбензола.

6.9. Во избежание накапливания статического электричества при перекачке этилбензола все оборудование и трубопроводы должны быть защищены с соблюдением правил защиты от статического электричества в производствах химической, нефтяной и нефтеперерабатывающей промышленности.

Редактор *В. С. Бабкина*
Технический редактор *Ф. И. Лисовский*
Корректор *М. Г. Байрашевская*

Сдано в наб. 26.06.79 Подп. в печ. 02.08.79 1,0 п. л. 0,73 уч.-изд. л. Тир. 6000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндаугo, 12/14. Зак. 2876

Изменение № 1 ГОСТ 9385—77 Этилбензол технический. Технические условия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.04.88 № 1017 срок введения установлен

с 01.01.89

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³.

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 24 1433.

Пункт 1.2. Таблица 1. Головку дополнить кодами: для высшего сорта — ОКП 24 1433 0220, для 1-го сорта — ОКП 24 1433 0230;

графа «Метод анализа». Заменить ссылку: ГОСТ 13380—67 на ГОСТ 13380—81;

таблицу дополнить пунктом — 9:

Наименование показателя	Норма		Метод анализа
	Высший сорт ОКП 24 1433 0220	1-й сорт ОКП 24 1433 0230	
9. Массовая доля диэтилбензола, %, не более	0,0005	0,0005	По п. 3.5

примечание изложить в новой редакции: «Примечание. Нормы по показателю пункта 9 являются факультативными до 1 января 1986 г. Определение обязательно для набора данных»

Пункт 2.1. Исключить слова: «При отгрузке продукта в цистерны каждую цистерну считают партией».

Пункт 2.3 после слов «30 единиц продукции» дополнить словами: «при поставке продукта в цистерны — пробы отбирают от каждой цистерны; допускается у изготовителя отбирать пробы из резервуара».

Пункт 3.1.1. Заменить слово: «Разовые» на «Точечные».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции: «3.2. Точечные пробы соединяют вместе и тщательно перемешивают. Объем объединенной пробы должен быть не менее 0,5 дм³».

Пункт 3.4.1 Заменить ссылки: ГОСТ 8613—75 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82.

Пункты 3.5, 3.5.1 изложить в новой редакции:

«3.5. Определение массовой доли этилбензола, изопропилбензола, высших углеводородов и диэтилбензола

3.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Хроматограф газовый лабораторный типов ЛХМ-8МД, «Цвет» с детектором ионизации в пламени.

Колонки газохроматографические из нержавеющей стали длиной 1 и 3 м, внутренним диаметром 3 мм по ГОСТ 16285—80 (тип 2)

Микрошприц типа МШ-10, вместимостью 10 мкл.

Линейка измерительная по ГОСТ 427—75

Лупа измерительная по ГОСТ 23706—83

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Сита с сетками по ГОСТ 3584—73.

Стакан по ГОСТ 25336—82, вместимостью 50 см³.

Колба К-500 по ГОСТ 25336—82.

Холодильник ХШ по ГОСТ 25336—82.

Печь трубчатая, обеспечивающая нагрев до 1200 °С.

Ступка 6 и пестик 4 по ГОСТ 9147—80.

Носитель твердый: диатомитовый кирпич с частицами размером 0,3—0,4 мм; хроматон N или N-AW с частицами размером 0,25—0,315 мм.

Фаза неподвижная: эфир ди-2-этилгексилсебациновой кислоты для хроматографии

н-Гексан, х. ч.
н-Гептан, ч.
н-Октан, х. ч.
н-Нонан, х. ч.
п-Цимол, ч.
м-Этил-изопропилбензол, ч.
Кислота серная по ГОСТ 3118—77, х. ч., 20 %-ный раствор
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.
Бензол по ГОСТ 5955—75, х. ч.
Толуол по ГОСТ 5789—78.
Этилбензол для хроматографии, ч. д. а.
о-Ксилол, ч.
Изопропилбензол, ч.
Диэтилбензол, ч. (любой из изомеров).
Газ-носитель — азот газообразный по ГОСТ 9293—74.
Водород технический по ГОСТ 3022—80 марки Б.
Воздух сжатый по ГОСТ 11882—73».

Пункт 3.5.2 дополнить абзацем: «Колонки, заполненные насадкой, помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают током газа-носителя со скоростью 30—50 см³/мин при 100°С в течение 2 ч. Вывод хроматографа на рабочий режим производят по инструкции, прилагаемой к прибору».

Пункт 3.5.3 изложить в новой редакции:

«3.5.3. *Проведение анализа*

Анализ этилбензола проводят на двух колонках длиной 1 и 3 м. Хроматограмму на колонке длиной 3 м снимают для определения всех примесей, содержащихся в товарном этилбензоле, за исключением примеси диэтилбензола, определяемой на колонке длиной 1 м.

Условия градуировки и работы хроматографа указаны в табл. 2.

Таблица 2

Параметр	Длина колонки, м	
	3	1
Температура термостата, °С	98—100	
Температура испарителя, °С	200—220	
Расход газа-носителя, см³/мин	25—30	20—30
Объем вводимой пробы, мкл, не менее	2	
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	200	
Продолжительность анализа, мин	40	20—25
«Внутренний эталон»	*н*-гексан	*п*-цимол или *м*-этил-изопропилбензол
Входное сопротивление, Ом	10^{-10}	10^{-12}

Массовую долю примесей в этилбензоле определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов.

При обнаружении в анализируемом этилбензоле *н*-гексана в качестве «внутреннего эталона» могут быть использованы *н*-гептан, *н*-октан, или *н*-нонан.

Градуировочный коэффициент (K_i) для каждого компонента находят по искусственным смесям с массовой долей каждой примеси 0,01—0,05 %.

20 г (или 50 г при определении примеси диэтилбензола) анализируемого этилбензола взвешивают в колбе с резиновыми уплотнениями или с притер-

той пробкой с погрешностью не более 0,0002 г, туда же микрошприцем добавляют 7—10 мкл «внутреннего эталона» и взвешивают с той же погрешностью. Затем смесь тщательно перемешивают и вводят в хроматограф».

Пункт 3.5.4. Второй абзац исключить.

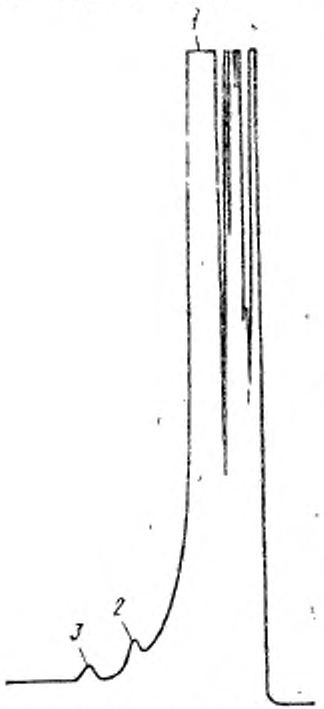
Экспликации к формулам. Заменить слова: «*н*-гексана» на «внутреннего эталона» (3 раза); после слов «S_1 — площадь пика определяемого компонента, мм²» дополнить абзацем: «Градуировочный коэффициент для диэтилбензола принимают равным 1»;

после слов «m_1 — масса анализируемой пробы, г» дополнить абзацем: «Массовую долю диэтилбензола вычисляют только по хроматограмме, изображенной на черт. 1а или 1б»; заменить ссылку: «(черт. 1)» на «(черт. 1, 1а, 1б)»;

последний абзац. Заменить слова: «10—15 % относительно вычисляемой величины» на «относительно вычисляемой величины, %:

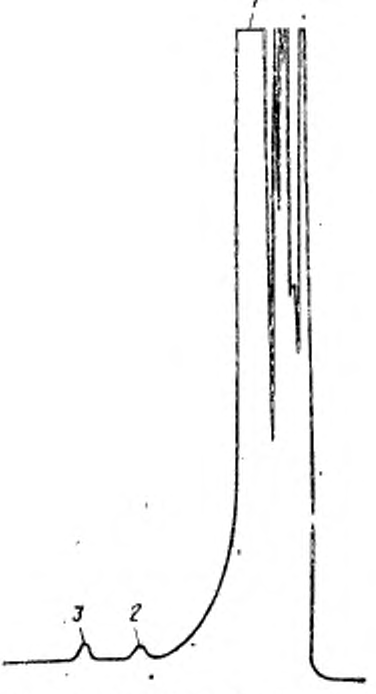
для диэтилбензола	40
для остальных примесей	15».

пункт 3.5.4 дополнить чертежами — 1а, 1б:



1—этилбензол; *2*—*п*-цимол; *3*—диэтилбензол

Черт. 1а



1—этилбензол; *2*—диэтилбензол; *3*—м-этил-изопропилбензол

Черт. 1б

Пункт 3.6. Последний абзац дополнить словами: «или сульфосалициловым методом».

Пункт 4.1 дополнить словами: «(подгруппа 4.1)».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.2, 4.3: «4.2. Железнодорожные цистерны маркируют и транспортируют в соответствии с правилами перевозки грузов.

На цистерны несмываемой краской наносят предупредительную надпись «Огнеопасно».

4.3. Этилбензол относится к 3-му классу опасности (подклассе 3.3) по ГОСТ 19433—81».

Пункт 5.1. Заменить слова: «должен гарантировать» на «гарантирует»; исключить слова: «установленных стандартом».

Пункты 5.2, 6.1 изложить в новой редакции: «5.2. Гарантийный срок хранения — один год со дня изготовления.

6.1. Этилбензол — легковоспламеняющаяся жидкость с ароматическим запахом.

Температура вспышки, °С . . . . . 24.
Стандартная температура самовоспламенения, °С . 432.
Температурные пределы воспламенения, °С . . . 18—45.

Концентрационные пределы воспламенения, объемные доли, % . . . . . 1—03—6,13».

Пункт 6.2 дополнить словами: «Этилбензол относится к веществам 3-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007—76».

ВТИС Зак № 990—8000

(ИУС № 8 1983 г.)

Группа Л21

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 9385—77 Этилбензол технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.06.88 № 2448

Дата введения 01.11.88

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: мл на $см^3$; л на $дм^3$.

Пункт 1.2. Таблица 1. Графа «Наименование показателя». Пункт 5. Исключить слова: «и высших углеводородов»;

графа «Норма». Для показателя 1 исключить слово: «однородная»;

для показателя 4 заменить значения: 99,8 на 99,80; 99,5 на 99,50;

примечание изложить в новой редакции:

«Примечание. Массовую долю серы и массовую долю железа определяют только в этилбензоле, предназначенном для производства окиси пропилена».

Стандарт дополнить разделом 2а (перед разделом 2):

«2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Технический этилбензол — легко воспламеняющаяся жидкость с ароматическим запахом. Показатели пожаровзрывоопасности, определяемые по ГОСТ 12.1.044—84: температура вспышки – не ниже 20°С, температура самовоспламенения — не ниже 420°С, температурные пределы воспламенения — 18—45°С, концентрационные пределы воспламенения — 0,9—3,9% (по объему).

2а.2. Технический этилбензол по степени воздействия на организм человека относится к малоопасным веществам (класс опасности 4 по ГОСТ 12.1.007—76). Обладает общетоксическим действием. Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров этилбензола в воздухе рабочей зоны — 50 $мг/м^3$. При превышении ПДК вызывает поражение крови и кроветворных органов, раздражение слизистых оболочек, головную боль, головокружение, боли в области сердца, раздражение кожи. При высоких температурах других токсичных соединений в воздушной среде не образует. Контроль за содержанием этилбензола в воздухе рабочей зоны проводят по методикам, утвержденным Минздравом СССР.

2а.3. Этилбензол может попадать в организм через органы дыхания и кожу. Индивидуальными средствами защиты являются фильтрующий противогаз марки А или БКФ и специальная одежда.

2а.4. При попадании этилбензола на кожу следует смыть его струей воды, а затем смазать кожу смягчающим кремом.

2а.5. В производственных условиях должна быть предусмотрена герметизация производственного оборудования, приточно-вытяжная вентиляция. Не допускается применение открытого огня и источников искрообразования.

Электрооборудование и освещение должны быть во взрывобезопасном исполнении, оборудование и трубопроводы — заземлены.

2а.6. В закрытых помещениях места отбора технологических проб должны быть оборудованы вытяжной вентиляцией.

2а.7. При загорании небольших количеств этилбензола в качестве первичных средств тушения следует применять пенные, углекислотные, хладоновые и порошковые огнетушители, песок, асбестовую кошму.

Для тушения пожаров этилбензола в резервуарах и производственных помещениях следует использовать воздушно-механическую пену средней кратности.

2а.8. Запрещается применение сжатого воздуха при сливе и перекачке этилбензола.

2а.9. Для предотвращения электростатического искрообразования при производстве этилбензола следует выполнять требования ГОСТ 12.1.018—86».

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. ПРИЕМКА

2.1. Технический этилбензол принимают партиями. Партией считают любое количество технического этилбензола, однородного по показателям качества, сопровождаемого одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта и его сорт;

номер партии и количество мест в партии;

дату изготовления;

массу нетто;

предупредительную надпись «Огнеопасно»;

результаты проведенных анализов;

обозначение настоящего стандарта.

При поставке этилбензола для экспорта форма документа должна соответствовать заказу-наряду внешнеторговой организации.

2.2. Массовую долю серы и массовую долю железа определяют в техническом этилбензоле, предназначенном для экспорта, если определение данных показателей предусмотрено в заказе-наряде.

2.3. Плотность при 20°С этилбензола определяют только по требованию потребителя.

2.4. Для проверки качества технического этилбензола на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта от партии отбирают каждую четвертую цистерну, но не менее двух, если партия состоит из двух, трех или четырех цистерн.

Допускается у изготовителя отбирать пробу этилбензола из резервуара-хранилища перед разливом его по цистернам.

2.5. Массовую долю хлора изготовитель определяет периодически не реже одного раза в декаду.

2.6. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ пробы, отобранной от удвоенной выборки той же партии.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

Раздел 3 дополнить пунктом 3.1а (перед пунктом 3.1):

«3.1а. Допускается использование аналогичных указанным в разд. 3 приборов, посуды, аппаратуры с техническими и метрологическими характеристиками, обеспечивающими заданную точность измерения».

Пункт 3.1.1 изложить в новой редакции:

«3.1.1. Пробу отбирают по ГОСТ 2517—85. Объем объединенной пробы должен быть не менее 0,5 дм³».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 3.3 дополнить словами: «при температуре 15—30°С».

Пункт 3.4.1 изложить в новой редакции:

«3.4.1. *Посуда, реактивы, растворы*

Воронка ВД-1—250 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 1—25 и 1—50 по ГОСТ 1770—74.

Стакан В-1—50 по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Метиловый оранжевый (индикатор), ч.д.а., раствор с массовой долей 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77».

Пункт 3.4.2. Второй и третий абзацы изложить в новой редакции:

«В первый стакан добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина, во второй — 2—3 капли раствора метилового оранжевого.

Этилбензол соответствует требованиям настоящего стандарта, если содержимое первого стакана не окрасилось в малиновый цвет, второго — в красный».

Пункты 3.5, 3.5.1, 3.5.2, 3.5.3 и 3.5.4 изложить в новой редакции:

«3.5. Определение массовой доли этилбензола, изопропилбензола и диэтилбензола

3.5.1. *Аппаратура, посуда, реактивы*

Хроматограф газовый лабораторный типа ЛХМ-80 или другого типа с аналогичными характеристиками с пламенно-ионизационным детектором.

Колонки газохроматографические длиной 1 и 3 м, внутренним диаметром 3 мм.

Весы лабораторные аналитические модели ВЛА-200 или другие с ценой деления 0,0001 г.

Весы технические типа ВЛТК-500 или весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий нагрев до 200—250°С.

Баня водяная.

Насос вакуумный или водоструйный.

Микрошприц типа МШ-10 вместимостью 10 мм³.

Линейка измерительная с ценой деления 1 мм.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706—83 или другие оптические устройства с ценой деления 0,1 мм.

Набор сит «Физприбор» или сита аналогичного типа.

Стакан В-1—50 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колба К-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Носитель твердый — хроматон N-AW или другой диатомитовый носитель, обеспечивающий аналогичное разделение; любая фракция с частицами размером в пределах 0,125—0,315 мм.

Фаза жидкая — эфир ди-2-этилгексиловый себациновой кислоты для хроматографии.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

н-Гексан, ч. или х.ч., хроматографии.

н-Гептан, х.ч., для хроматографии.

н-Октан, ч. или х.ч., для хроматографии.

н-Нонан, ч. или х.ч., для хроматографии.

м-Этил-изопропилбензол, ч.

Додекан, х.ч., для хроматографии.

Гексадекан, ч.

Бензол по ГОСТ 5955—75, х.ч.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Этилбензол для хроматографии, ч.д.а.

о-Ксилол, ч.

Изопропилбензол, ч.

Диэтилбензол, ч. (любой из изомеров).

Газ-носитель — азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74 или аргон по ГОСТ 10157—79.

Водород технический марки А или Б по ГОСТ 3022—80.

Воздух сжатый для питания приборов.

3.5.2. *Подготовка к анализу*

3.5.2.1. *Приготовление неподвижной фазы*

Твердый носитель высушивают в сушильном шкафу при температуре 120—150°С в течение 3—4 ч.

Для приготовления неподвижной фазы взвешивают в стакане ди-2-этилгексиловый эфир себациновой кислоты в количестве 10% от массы твердого носителя (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) и растворяют в этиловом спирте (80% от объема твердого носителя).

Приготовленный раствор помещают в круглодонную колбу и добавляют к нему предварительно взвешенный твердый носитель (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака). Колбу закрывают пробкой с двумя отверстиями и содержимое ее перемешивают, осторожно встряхивая в течение 30 мин. Затем, продувая колбу инертным газом, испаряют растворитель на водяной бане при температуре 60—65°С, периодически встряхивая до сыпучего состояния насадки. Для полного удаления растворителя колбу с насадкой подсоединяют к водоструйному или вакуумнасосу на 30 мин.

Приготовленной неподвижной фазой заполняют колонки, помещают их в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью 30—50 см³/мин при температуре 100°С в течение не менее 25 ч.

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

При определении диэтилбензола предварительно определяют чувствительность прибора к нему. Для этого готовят искусственную смесь, состоящую из диэтилбензола и бензола, с таким расчетом, чтобы массовая доля диэтилбензола в смеси составляла примерно 0,0005%. С целью более точного приготовления искусственной смеси вначале готовят смесь с массовой долей 0,5% диэтилбензола в бензоле. Затем 0,1 см³ приготовленной смеси вводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ с бензолом. Смесь тщательно перемешивают и анализируют при условиях, указанных в п. 3.5.2.2.

3.5.2.2. *Условия проведения анализа*

Анализ этилбензола проводят на двух колонках длиной 1 и 3 м. Хроматограмму на колонке длиной 3 м снимают для определения всех примесей, содержащихся в техническом этилбензоле, за исключением примеси диэтилбензола, определяемой на колонке длиной 1 м.

Условия градуировки и работы хроматографа указаны в табл. 2

Таблица 2

Параметр	Длина колонки, м	
	3	1
Температура термостата, °С	95—100	
Температура испарителя, °С	200—220	
Скорость газа-носителя, см³/мин	25—30	20—30
Объем вводимой пробы, мм³	Не более 2	Не менее 2
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч *	200—240	
Продолжительность анализа, мин	30	25—40
Входное сопротивление, Ом	10^{10}	10^{12}
Метод количественной интерпретации	«Внутренний эталон»	«Внутренний эталон» или «абсолютная калибровка»
«Внутренний эталон»	*н*-Гексан * или *н*-гептан, или *н*-октан, или *н*-нонан	*м*-Этилизопропилбензол или додекан, или гексадекан

* В качестве «внутреннего эталона» при определении всех примесей, за исключением примеси диэтилбензола, применяют *н*-гексан или любой другой парафиновый углеводород, который не должен входить в состав примесей анализируемого продукта. При использовании в качестве «внутреннего эталона» *н*-гексана пик его фиксируется при скорости движения диаграммной ленты 720 мм/ч с последующим учетом соотношения скоростей при обсчете хроматограмм.

3.5.2.3. *Градуировка прибора*

Количественное содержание примесей в этилбензоле определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов.

Для градуировки прибора готовят не менее трех искусственных смесей, близких по составу к анализируемому этилбензолу. Для этого в колбу с резиновым уплотнением или с притертой пробкой помещают этилбензол, затем микрошприцем вводят примеси, указанные на хроматограмме (черт. 1), кроме примесей парафиновых углеводородов, и «внутренний эталон». Массовая доля каждой вводимой примеси и «внутреннего эталона» должна составлять 0,01—0,05%. После введения каждого компонента колбу взвешивают. Все результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Снимают не менее трех хроматограмм для каждой искусственной смеси при условиях, указанных в п. 3.5.2.2.

Градуировочный коэффициент определяют для каждой примеси, кроме примесей парафиновых углеводородов и диэтилбензола, для которых значение градуировочного коэффициента принимают равным 1,0.

Градуировочный коэффициент (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{S_{эт} \cdot X_i}{S_i \cdot X_{эт}},$$

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

X_i — массовая доля определяемой примеси в искусственной смеси, %;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

$X_{эт}$ — массовая доля «внутреннего эталона» в искусственной смеси, %.

Площадь пика вычисляют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты. Градуировочный коэффициент для каждой примеси определяют как среднее арифметическое полученных значений.

3.5.3. *Проведение анализа*

Не менее 10 г (или не менее 50 г при определении примеси диэтилбензола) анализируемого этилбензола взвешивают в колбе с резиновым уплотнением или с притертой пробкой, затем добавляют 5—7 мм³ «внутреннего эталона» и снова взвешивают. Все результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Смесь тщательно перемешивают и вводят в испаритель хроматографа.

Хроматограммы товарного этилбензола приведены на черт. 1, 1а.

3.5.4. *Обработка результатов*

Массовую долю каждой примеси в этилбензоле (X_i) в процентах вычисляют по формуле

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

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

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

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

m — масса анализируемой пробы, г.

При наличии в анализируемом этилбензоле *о*-ксилола массовую долю *м*- и *п*-ксилолов вычисляют косвенно, так как они на хроматограмме не фиксируются. Массовая доля *м*- и *п*-ксилолов равна пятикратной массовой доле *о*-ксилола.

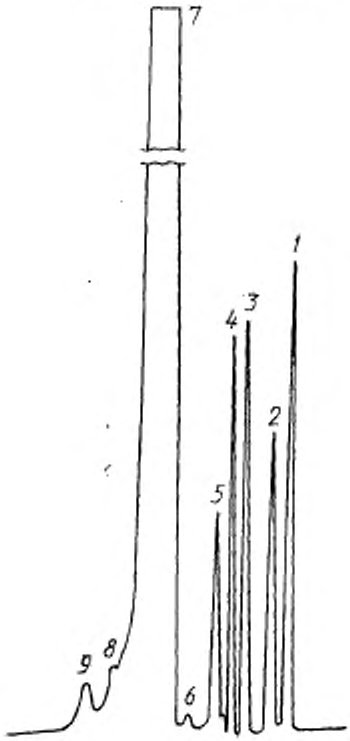
Массовую долю диэтилбензола вычисляют только по хроматограмме, изображенной на черт. 1а.

Результат вычислений массовых долей примесей записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Массовую долю этилбензола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - \Sigma X_i,$$

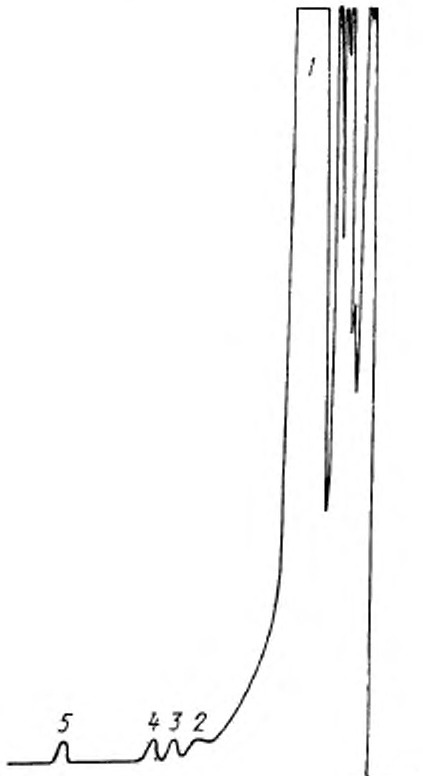
Хроматограмма этилбензола



1 — гексан («внутренний эталон»); *2* — бензол; *3*, *5*, *6* — парафиновые углеводороды; *4* — толуол; *7* — этилбензол; *8* — *о*-ксилол; *9* — изопропилбензол

Черт. 1

Хроматограмма определения диэтилбензола в этилбензоле



1 — этилбензол; *2* — диэтилбензол; *3* — *м*-этилизопропилбензол; *4* — додекан; *5* — гексадекан; (*3*, *4*, *5* — «внутренний эталон», используют любой из указанных углеводородов)

Черт. 1а

где ΣX_i — сумма массовых долей всех примесей, определяемых хроматографическим методом.

Результат округляют до второго десятичного знака.

Метрологические характеристики указаны в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля определяемого компонента, %	Стандартное отклонение сходимости (повторяемости), %	Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при P=0,95 не должно превышать, %
От 99,50 до 99,80	0,015	0,05
» 0,01 » 0,03	0,001	0,003
» 0,0005	0,0001	0,0002

Раздел 3 дополнить пунктом 3.5.5:

«3.5.5. Определение массовой доли диэтилбензола в этилбензоле допускается проводить методом «абсолютной калибровки» в соответствии с приложением 1.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли диэтилбензола определение проводят по п. 3.5».

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить слова: «вместимостью 150—200 мл (ГОСТ 6563—75)» на «вместимостью 100—225 см³ (ГОСТ 6563—75, чашки № 115—4, 115—5, 115—6)».

Пункт 3.7.2 дополнить абзацем (перед первым):

«Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками»;

четвертый — седьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Колориметр фотоэлектрический лабораторный по ГОСТ 12083—78 любого типа или любой другой с аналогичными техническими характеристиками.

Цилиндр 1—60 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 1·1·1, 1—1—2, 2—1·5, 2—10—10 по ГОСТ 20292—74.

Колбы 2—25—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74»;

восьмой абзац. Заменить слова: «25%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25%»;

девятый абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации $c(AgNO_3)$ =0,1 моль/дм³ (0,1 н.)»;

десятый абзац. Заменить слова: «калия гидрат окиси, 0,01 н. растворы» на «калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, растворы концентрации 0,01 моль/дм³ (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

двенадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.7.3.1. Второй абзац. Заменить слова: «(№ 3 для ФЭК-56)» на «(длина волны (400±10) нм)».

Пункт 3.7.4. Заменить слова: «5%-ным раствором азотной кислоты» на «раствором азотной кислоты с массовой долей 5%».

Пункт 3.7.5. Предпоследний абзац исключить;

последний абзац изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений абсолютное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,0002% при доверительной вероятности P=0,95. Результат записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Раздел 3 дополнить пунктом 3.7.6:

«3.7.6. Определение массовой доли хлора в этилбензоле допускается проводить по методике приложения 2.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли хлора определение проводят по п. 3.7».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Технический этилбензол заливают и транспортируют в железнодорожных цистернах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

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

4.2. На железнодорожных цистернах несмываемой краской наносят предупредительный знак по ГОСТ 12.4.026—76 «Осторожно! Легковоспламеняющиеся вещества» и трафарет приписки.

Технический этилбензол в соответствии с классификацией опасных грузов по ГОСТ 19433—81 относится к 3-му классу опасности (подкласс 3.3, шифр группы 3313).

4.3. Технический этилбензол хранят в стальных резервуарах».

Пункт 5.1 изложить в новой редакции:

«5.1. Изготовитель гарантирует соответствие технического этилбензола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения».

Раздел 6 исключить.

Стандарт дополнить приложениями 1 и 2:

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

Определение массовой доли диэтилбензола в этилбензоле методом «абсолютной калибровки»

Количественное содержание примеси диэтилбензола определяют методом «абсолютной калибровки». Для вывода градуировочного фактора готовят не менее трех искусственных смесей, состоящих из диэтилбензола и бензола (приготовление и анализ — по п. 3.5.2 настоящего стандарта).

Градуировочный фактор (f) вычисляют по формуле

$$f=\frac{m_f}{S_f},$$

где m_f — масса диэтилбензола в искусственной смеси, мг;

S_f — площадь пика диэтилбензола, мм².

Градуировочный фактор определяют как среднее арифметическое полученных значений для каждой смеси.

Проверка градуировочного фактора проводится не реже 1 раза в две недели. Искусственные смеси хранят в холодильнике не более 2 мес.

Массовую долю диэтилбензола (X_f) в процентах вычисляют по формуле

$$X_f=\frac{f\cdot S\cdot 100}{V\cdot\rho},$$

где f — градуировочный фактор для диэтилбензола, мг/мм²;

S — площадь пика диэтилбензола, мм²;

V — объем вводимой пробы, мм³;

ρ — плотность пробы, мг/мм³ (0,87 мг/мм³).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,0002% при доверительной вероятности $P=0,95$. Результат вычисления записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

Определение массовой доли хлора в этилбензоле

1. Метод основан на разложении хлорорганических соединений дифенилом натрия с выделением хлора в ионной форме, экстракции хлорида натрия водой с последующим фотоколориметрическим определением его с роданидом ртути и солью трехвалентного железа.

2. Аппаратура, посуда, реактивы, растворы

Колориметр фотоэлектрический лабораторный по ГОСТ 12083—78 любого типа или любой другой с аналогичными техническими характеристиками

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Шкаф сушильный.

Колбы 2—25—2, 2—50—2, 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-1—25—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.

Бюретка 1—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Пипетки 4—2—1, 4—2—2, 6—2—5, 6—2—10, 6—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Воронки делительные вместимостью 100 или 250 см³ с пришлифованной пробкой; кран смазывают смазкой, не содержащей хлорорганики. Рекомендуется смазка типа ВНИИНП-279 по ГОСТ 14296—78.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Натрий металлический по ГОСТ 3273—75.

Дифенил по ГОСТ 13487—78, ч.д.а.

Диметиловый эфир диэтиленгликоля или диметиловый эфир этиленгликоля, очищенные в соответствии с п. 3.

Бутанол-1 по ГОСТ 6006—78, ч.д.а.

Спирт метиловый по ГОСТ 6995—75, ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Бензол по ГОСТ 5955—75, х.ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, ч.д.а.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, х.ч., раствор в азотной кислоте; готовят следующим образом: 12,05 г железоаммонийных квасцов растворяют в 10 см³ воды, прибавляют 28,1 см³ концентрированной азотной кислоты. Если раствор получается мутным, его фильтруют через бумажный фильтр, предварительно промытый 100 см³ воды, и доводят объем раствора водой до 100 см³.

Ртуть роданистая, полученная, как указано в п. 5, насыщенный раствор в этиловом спирте; готовят следующим образом: 0,3 г роданистой ртути встряхивают со 100 см³ этилового спирта до полного растворения, дают отстояться в течение суток и сливают прозрачный раствор. Полученный раствор хранят в темной стеклянной посуде с притертой пробкой.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—65, х.ч.

Ртуть (II) азотнокислая по ГОСТ 4520—68, х.ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, предварительно высушенный в течение 3 ч при температуре 100—105°С. Стандартный раствор в воде готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 0,05 г хлористого натрия (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. В 1 см³ полученного раствора содержится 0,03 мг хлор-иона.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 или очищенная ионообменными смолами.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74 или другой инертный газ.

3. Очистка диметилового эфира

Диметиловый эфир диэтиленгликоля перегоняют с дефлегматором, собирая фракцию, отгоняемую при температуре 160—164°С. В круглодонную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 600 см³ перегнанного эфира, прибавляют около 2 г измельченного металлического натрия и кипятят с обратным холодильником 3—4 ч. При этом происходит очистка эфира от воды и гидроксилсодержащих соединений. Если значительная часть натрия вступает в реакцию с этими примесями, то эфир сливают, отделяя от выпавших солей, добавляют свежую порцию металлического натрия и кипятят еще 1—2 ч. Охлажденный эфир фильтруют через фильтр Шотта и переисперяют. Окончательную очистку проводят дифенилом натрия. Для этого в токе азота добавляют около 15 г дифенила и 3 г измельченного металлического натрия или 10 см³ готового реактива дифенила натрия, приготовленного в соответствии с п. 4. Раствор окрашивается в зеленый цвет. Выдерживают раствор 1—2 ч и переисперяют, собирая фракцию, отгоняемую при температуре 161—162°С. Очищенный эфир хранят в склянке из темного стекла под азотной подушкой над металлическим натрием. Если в эфире образовалась муть, эфир перед использованием следует переисперить.

Очистку диметилового эфира этиленгликоля проводят аналогично, собирая фракцию, отгоняемую при температуре 83—85°С. О степени очистки растворителя судят по оптической плотности контрольного опыта, проведенного, как указано в п. 7.4. Она должна быть не более 0,35.

4. Приготовление раствора дифенила натрия и установление его активности

В высушенные в сушильном шкафу в течение 2 ч при температуре 100—105°С и продутые 5 мин азотом банки из темного стекла вместимостью 100 см³ помещают по 50 см³ очищенного диметилового эфира и по 13 г дифенила. Затем в каждую банку в слабом токе азота прибавляют по 1,95 г металлического натрия в виде проволоки или мелких стружек. Образующийся дифенил натрия окрашивает раствор в черно-синий или черно-зеленый цвет. Банки закрывают притертыми или двойными пробками, которые затем заливают парафином. Хранят их в холодильнике при температуре не выше 10°С. Реактив готов к употреблению через 12 ч. Перед проведением анализа банку с раствором дифенила натрия вскрывают и определяют содержание в нем активного натрия. Для этого 5 см³ раствора дифенила натрия сухой пипеткой помещают в сухую коническую колбу вместимостью 25 см³ и титруют в токе азота из бюретки вместимостью 10 см³ спирто-бензольным раствором до полного обесцвечивания смеси. Спирто-бензольный раствор с концентрацией спирта 1 моль/дм³ готовят путем разбавления 16 г метилового спирта или 37 г бутанола-1 до 500 см³ бензолом.

Концентрацию активного натрия ($c_{акт}$), моль/дм³, вычисляют по формуле

$$c_{акт} = \frac{V_1 \cdot c}{V_2},$$

где V_1 — объем спирто-бензольного раствора, см³;

c — концентрация спирто-бензольного раствора, моль/дм³;

V_2 — объем раствора дифенила натрия, см³.

Дифенил натрия пригоден для работы при показателе активности более 0,5. Вскрытую банку хранят в холодильнике под азотной подушкой и проверяют концентрацию активного натрия один раз в три дня.

5. Получение роданистой ртути

Готовят раствор, состоящий из 7 г азотнокислой ртути (II) и воды, в который для предупреждения гидролиза прибавляют 1—2 см³ концентрированной азотной кислоты и 10 см³ водного раствора роданистого калия с массовой долей 20%. Раствор перемешивают. Образующийся белый мелкокристаллический осадок роданистой ртути отделяют на воронке Бюхнера, промывают 2—3 раза небольшими порциями воды и высушивают при температуре 50—60°С. Реактив хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой.

6. Построение градуировочного графика

В 4 мерные колбы вместимостью 25 см³ каждая последовательно вносят 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 см³ стандартного раствора хлористого натрия, добавляют 2 см³ раствора железоаммонийных квасцов, 2 см³ раствора роданистой ртути, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Окраска устойчива в течение 30 мин.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов, но без стандартного раствора хлористого натрия проводят «холостой» опыт.

На фотоэлектроколориметре определяют оптическую плотность приготовленных растворов и «холостого опыта». Оптическая плотность «холостого опыта» не должна превышать 0,3, в противном случае меняют железоаммонийные квасцы.

Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс соответствующие массы хлор-иона в миллиграммах, на оси ординат — разность между оптическими плотностями приготовленных растворов и «холостого опыта»

7. Проведение анализа

7.1. Приготовление рабочего раствора

В сухую продутую азотом делительную воронку вносят 10 см³ этилбензола с массовой долей хлора примерно 0,0010% или 30 см³ этилбензола с массовой долей хлора примерно 0,0005%, продувают азотом и добавляют 5 см³ раствора дифенила натрия. Воронку закрывают притертой стеклянной пробкой, осторожно перемешивают круговыми движениями и оставляют на 5 мин. Цвет раствора должен быть черно-зеленым или черно-синим, что указывает на необходимый избыток реагента. Если происходит обесцвечивание раствора, то анализ прекращают и повторяют снова, пока не появится черно-зеленая или черно-синяя окраска. Избыток раствора дифенила натрия разлагают добавлением 2 см³ бутанола-1, встряхивая смесь до ее обесцвечивания и растворения частичек натрия. Образовавшийся хлорид натрия экстрагируют, добавляя в делительную воронку 30 см³ воды, подкисленной 1 см³ концентрированной азотной кислоты, энергично перемешивая слои в течение 2 мин. После расслаивания (не менее 10 мин) прозрачный водный экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Затем в мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают 20 см³ водного экстракта, 2 см³ раствора железоаммонийных квасцов, 2 см³ раствора роданистой ртути, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Этилбензол, свободный от хлора, собирают и используют для приготовления контрольного раствора.

7.2. Приготовление контрольного раствора

В сухую продутую азотом делительную воронку помещают 5 см³ дифенила натрия и 2 см³ бутанола-1, встряхивают до обесцвечивания, добавляют 20 см³ этилбензола, свободного от хлора, и 30 см³ воды, подкисленной 1 см³ концентрированной азотной кислоты. Раствор энергично перемешивают. Контрольный раствор готовят для каждой новой партии дифенила натрия.

7.3. Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают 20 см³ водного экстракта, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

7.4. Проведение измерения

На фотоэлектроколориметре измеряют оптическую плотность рабочего и контрольного растворов по отношению к раствору сравнения в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм при длине волны 430—450 нм.

По разности оптических плотностей, полученных в рабочем и контрольных опытах, находят по градуировочному графику массу хлор-иона в миллиграммах в 20 см³ анализируемого водного экстракта.

8. Обработка результатов

Массовую долю хлора (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 50 \cdot 100}{1000 \cdot 20 \cdot V \cdot \rho} = \frac{m}{4 \cdot V \cdot \rho},$$

где m — масса хлор-иона, найденная по градуировочному графику, мг;

50 — объем полученного водного экстракта, см³;

20 — объем водного экстракта, взятый для колориметрирования, см³;

V — объем пробы, взятый на реакцию с дифенилом натрия, см³;

ρ — плотность этилбензола, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,00015% при доверительной вероятности $P=0,95$. Результат вычисления записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

(ИУС № 11 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 26.08.88 Подп. в печ. 22.11.88 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 1,11 уч.-изд. л. Тираж 7 300 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2892