20491-75

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИЗОПРОПИЛБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 20491—75

Издание официальное

СНИКИКВ

Цена 5 коп.

ственный комитет СССР по стандартам
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.7 : 547.535.1—125(083.74) Группа Л21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИЗОПРОПИЛБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical isopropylbenzene.
Specifications

ГОСТ 20491—75*

Взамен
ГОСТ 9872—61
и ГОСТ 5.1351—72

ОКП 24 1441 0100

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 февраля 1975 г. № 390 срок введения установлен с 01.01.76

Проверен в 1986 г. Постановлением Госстандарта от 05.05.86 № 1159 срок действия продлен до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический изопропилбензол, получаемый при алкилировании бензола пропиленом в присутствии хлористого алюминия и используемый для синтеза фенола — ацетона и альфа-метилстирола.

Формулы: эмпирическая C_9H_{12}

структурная $C_6H_5—\underset{\displaystyle CH_3}{\overset{\displaystyle CH_3}{\underset{|}{\overset{|}{CH}}}}$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 120,20.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей и первой категорий качества.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (август 1986 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1980 г., мае 1986 г. (ИУС 10—80, 8—86).*

3-III-80

© Издательство стандартов, 1986

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

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		Метод анализа
	Высшая категория качества	Первая категория качества	
	Высший сорт ОКП 24 1441 0110	1-й сорт ОКП 24 1441 0130	
1. Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость		ГОСТ 2706.1—74, разд. 1
2. Плотность при 20°С, г/см³	0,861—0,862	0,861—0,863	По ГОСТ 18995.1—73, разд. 2
3. Массовая доля изопропилбензола, %, не менее	99,9	99,7	По п. 3.3
4. Массовая доля органических примесей, %, не более, в том числе:			
этилбензола	0,03	0,15	По п. 3.3
бутилбензола	0,01	0,10	По п. 3.3
н-пропилбензола	0,05	0,20	По п. 3.3
неароматических соединений	0,003	Не нормируется	По п. 3.3
5. Массовая доля непредельных соединений в г брома на 100 г продукта, не более	0,015	0,02	По ГОСТ 2706.11—74
6. Массовая доля фенола, %, не более	0,0003	0,001	По п. 3.4
7. Массовая доля общей серы, % не более	0,0002	0,001	По ГОСТ 13380—81, разд. 2
8. Массовая доля хлора, %, не более	0,0004	Не нормируется	По п. 3.5

Примечание. Содержание фенола и непредельных соединений определяют только в изопропилбензоле, получаемом путем алкилирования бензола пропан-пропиленовой фракцией газов крекинга нефтепродуктов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Технический изопропилбензол — легковоспламеняющаяся жидкость с температурой вспышки 34°С, температурой самовоспламенения 424°С, температурными пределами воспламенения 31—

71°С (расчетн.) и концентрационными пределами воспламенения паровоздушной смеси 0,9—6,5% (по объему).

При загорании изопропилбензола необходимо применять следующие средства и способы тушения: песок, химическую пену, водяной пар, инертный газ, асбестовое одеяло, а также огнетушители типа ОП-5, ОП-ЭММ, ОУ-2, ОУ-5. Для установок автоматического пенотушения применяют пенообразователи марок ПО-1, ПО-1А, ПО-1Д.

2а.2. По степени воздействия на организм изопропилбензол относится к малоопасным веществам (4-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007—76).

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров изопропилбензола в воздухе рабочей зоны — 50 мг/м³.

2а.3. При работе с изопропилбензолом следует соблюдать правила защиты от статического электричества в химической, нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности.

2а.4. При работе с изопропилбензолом необходимо пользоваться средствами индивидуальной защиты. При попадании изопропилбензола на кожу его следует смыть струей воды, а затем кожу смягчить кремом.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Технический изопропилбензол принимают партиями.

Партией считают любое количество продукта, но не более 120 т, однородного по своим качественным показателям, сопровождаемого одним документом о качестве.

2.2. Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование и сорт продукта;

номер партии и количество мест в партии;

дату изготовления;

массу брутто и нетто;

результаты проведенных анализов;

обозначение настоящего стандарта;

надпись «Огнеопасно».

2.3. Пробы отбирают из каждой цистерны. Допускается у изготовителя отбирать пробы из товарного резервуара.

2.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ вновь отобранной пробы.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы отбирают пробоотборником по всей высоте продукта.

3.2. Точечные пробы соединяют вместе, полученную объединенную пробу тщательно перемешивают и отбирают среднюю пробу объемом не менее 1 дм^3.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3. Определение массовой доли изопропилбензола и органических примесей

3.3.1. *Аппаратура и реактивы:*

хроматограф газовый типа «Цвет» с пламенно-ионизационным детектором или любой другой хроматограф, чувствительностью по току не ниже 10^{-9} А с устройством для обработки капиллярной колонки и микрошприцем;

колонка газохроматографическая капиллярная из меди или нержавеющей стали длиной 50 м, внутренним диаметром 0,25—0,35 мм или

колонка газохроматографическая насадочная из нержавеющей стали длиной 1—2 м, внутренним диаметром 3 мм;

линейка измерительная по ГОСТ 427—75;

лупа измерительная по ГОСТ 25706—83;

секундомер по ГОСТ 5072—79;

сита с сетками по ГОСТ 3584—73;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

пипетка по ГОСТ 20292—74 вместимостью 10 см^3;

стакан по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50 см^3;

колба круглодонная по ГОСТ 25336—82;

носитель жидкий — динонилфталат для хроматографии, ч. д. а. или бетон любой марки;

носитель твердый — хромосорб W (фракцией 0,17—0,25 мм) или хроматон N или хроматон N—AW (фракцией 0,2—0,25 мм или 0,25—0,32 мм);

масло вазелиновое медицинское по ГОСТ 3164—78;

эталон внутренний — *н*-октан, х. ч;

бензол по ГОСТ 5955—75, х. ч.;

ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.;

эфир этиловый по ГОСТ 6265—74;

изопропилбензол для хроматографии, ч. д. а.;

этилбензол, ч.;

гексан, ч.;

ксилол (любой из изомеров);

о-ксилол, ч.;

м-ксилол, ч.;

п-ксилол, ч.;

н-пропилбензол, ч.;
бутилбензол (любой из изомеров);
н-бутилбензол, ч.;
изо-бутилбензол, ч.;
втор-бутилбензол, ч.;
трет-бутилбензол, ч.;
газ-носитель;
азот газообразный по ГОСТ 9293—74;
водород технический по ГОСТ 3022—80 марки А или Б высшего сорта;
воздух сжатый для питания приборов;
толуол, ч.;
этилтолуол (*м*- или *п*-изомер), ч.;
м-цимол, ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3.2. *Подготовка к анализу*

3.3.2.1. **Заполнение капиллярной колонки**

Капиллярную колонку заполняют с помощью устройства, поставляемого в комплекте прибора типа «Цвет».

Капилляр промывают ацетоном, диэтиловым эфиром, бензолом. Промывку повторяют в следующей последовательности: диэтиловый эфир, ацетон, бензол и высушивают газом-носителем в условиях, указанных в инструкции к прибору.

Неподвижная фаза (динонилфталат) наносится на стенки капиллярной колонки в виде 10%-ного раствора в бензоле.

Капиллярную колонку заполняют стационарной жидкой фазой под таким давлением, чтобы обеспечить прохождение раствора по колонке со скоростью 2—3 м в минуту (одна капля раствора, выходящего из колонки за 10—15 с). После выхода из колонки последней капли раствора необходимо резко снизить давление, чтобы обеспечить медленное продувание колонки газом-носителем в течение 4 ч.

3.3.2.2. **Заполнение насадочной колонки**

0,34 г бентона взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в круглодонную колбу, заливают бензолом (80% от массы твердого носителя) и выдерживают в течение суток для набухания (суспензия).

0,872 г вазелинового масла, из которого предварительно отогнаны летучие примеси при остаточном давлении 1333 Па (10 мм рт. ст.) и температуре 160°С, взвешивают в стакане (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), растворяют в бензоле и приливают к суспензии бентона в бензоле.

10,9 г твердого носителя взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака)

и вносят в полученный раствор. Весь носитель должен быть полностью покрыт раствором.

В течение 0,5 ч смесь встряхивают, затем выпаривают на водяной бане растворитель при непрерывном перемешивании и на 0,5 ч колбу с содержимым подсоединяют к водоструйному или вакуум-насосу.

Колонку заполняют приготовленной сухой насадкой при непрерывном постукивании по колонке, либо с помощью вибратора. Заполненную колонку устанавливают в термостат прибора и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью 3—4 $дм^3$/ч в течение 12 ч при 100°С.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.3. *Условия проведения анализа*

Подготовку к анализу и вывод прибора на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией к прибору.

Режим градуировки и работы хроматографа указан в табл. 2.

Таблица 2

Параметры	Хроматограф	
	с капиллярной колонкой	с насадочной колонкой
Температура термостата, °С	93—100	70—72
Температура испарителя, °С	200—220	200—220
Расход газа-носителя (азот) на выходе из колонки, $см^3$/мин	1—2	30—45
Расход газа-носителя на сбросе, $см^3$/мин	100	—
Объем вводимой пробы, $мм^3$, не более	3	2
Скорость передвижения диаграммной ленты, мм/ч	720	200
Продолжительность анализа, мин	20	45

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3.3а. *Градуировка прибора*

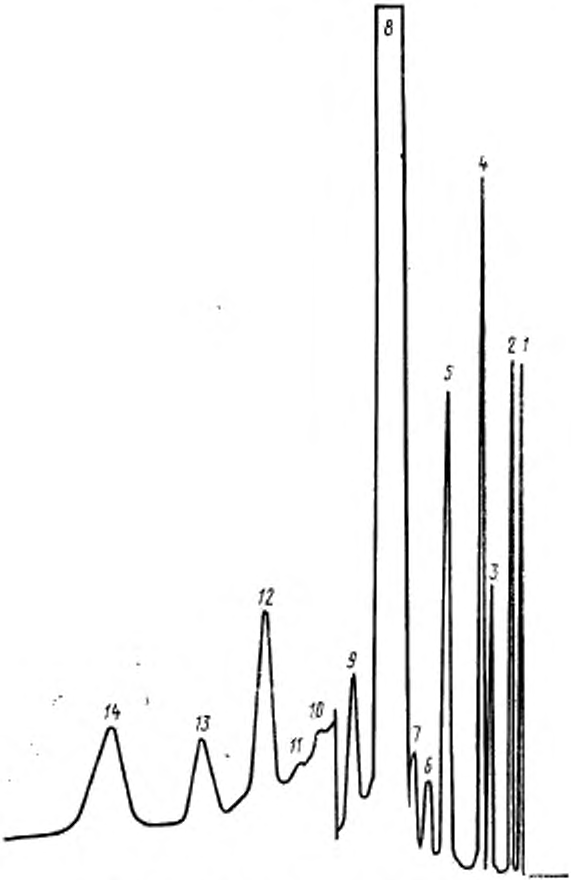
Количественное содержание примесей определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов. В качестве «внутреннего эталона» применяют н-октан. Порядок выхода компонентов на хроматограммах приведен на черт. 1 и 2.

Для градуировки прибора готовят три искусственных смеси, каждая из которых должна состоять из изопропилбензола, н-октана и определяемых примесей в количестве 0,01; 0,03 и 0,05 г соответственно.

Градуировочный коэффициент определяют для каждой примеси.

Искусственные смеси готовят следующим образом: в колбу с резиновым уплотнителем или с притертой пробкой помещают около 100 г изопропилбензола, затем микрошприцем вводят 5—7 $мм^3$ н-октана и примеси, указанные на хроматограммах (см. черт. 1 и 2). После введения каждого компонента колбу взвешивают. Все

Хроматограмма анализа изопропилбензола, снятая на капиллярной колонке



1—гексан; *2*—бензол; *3*—*н*-октан; *4*—толуол; *5*—этилбензол; *6*—*м*, *п*-ксилолы; *7*—*о*-ксилол; *8*—изопропилбензол; *9*—*н*-пропилбензол; *10*—*м*+*п*-этилтолуол; *11*—третичный бутилбензол; *12*—изо+вторичный бутилбензол; *13*—*м* + *п*-цимол; *14*—*н*-бутилбензол.

Черт. 1

результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Снимают пять хроматограмм для каждой искусственной смеси при условиях, указанных в п. 3.3.3.

Градуировочный коэффициент (K_1) вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{S_{эт} \cdot a_1}{S_1 \cdot a_{эт}},$$

где $S_{эт}$ — площадь пика «внутреннего эталона» (*н*-октан), мм²;

S_1 — площадь пика определяемой примеси, мм²;

a_1 — массовая доля определяемой примеси в искусственной смеси, %;

$a_{эт}$ — массовая доля «внутреннего эталона» (н-октан), %.

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.

3.3.4. *Проведение анализа*

Около 20 г анализируемого изопропилбензола взвешивают в колбе с резиновым уплотнителем или с притертой пробкой, затем добавляют 5—7 мм³ «внутреннего эталона» (н-октана) и снова взвешивают. Все результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Смесь тщательно перемешивают и вводят в испаритель хроматографа.

3.3.5. *Обработка результатов*

Массовую долю органических примесей (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

где K_1 — градуировочный коэффициент примеси;

S_1 — площадь пика определяемой примеси, мм²;

$S_{эт}$ — площадь пика «внутреннего эталона» (*н*-октан), мм²;

m — масса анализируемой пробы, г;

$m_{эт}$ — масса «внутреннего эталона» (*н*-октан), г.

Массовую долю изопропилбензола (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где ΣX_1 — суммарная массовая доля органических примесей, %.

Допускается производить расчет по высотам пиков. При разногласиях в оценке массовых долей примесей расчет ведут по площадям пиков.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые рас-

хождения между которыми не должны превышать 20% от среднего полученного значения при доверительной вероятности P=0,95.

Порядок выхода компонентов на хроматограмме и чувствительность метода по ним приведены в табл. 3 (при работе на масштабе 1 : 5).

Таблица 3

Наименование компонента	Чувствительность метода на колонках, %	
	капиллярной	насадочной
Гексан	0,005	0,001
Бензол	0,005	0,001
н-Октан	0,005	0,001
Толуол	0,005	0,001
Этилбензол	0,01	0,002
Ксилолы	0,01	0,002
н-Пропилбензол	0,01	0,01
Этилтолуол	0,005	0,005
Бутилбензолы	0,005	0,005
Цимолы	0,005	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Определение массовой доли фенола

3.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-Н-57 или ФЭК-56;

холодильник по ГОСТ 25336—82, тип ХПТ;

аллонж по ГОСТ 25336—82;

пипетки по ГОСТ 20292—74 вместимостью 1, 5, 10 и 50 см³;

колба типа КРН по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³;

колба Вюрца по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³, с отводом, находящимся на высоте 90 мм от расширения колбы;

колба типа Кн по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³;

воронка делительная по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³;

п-нитроанилин, ч. д. а.;

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой долей 25%;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., раствор с массовой долей 1%;

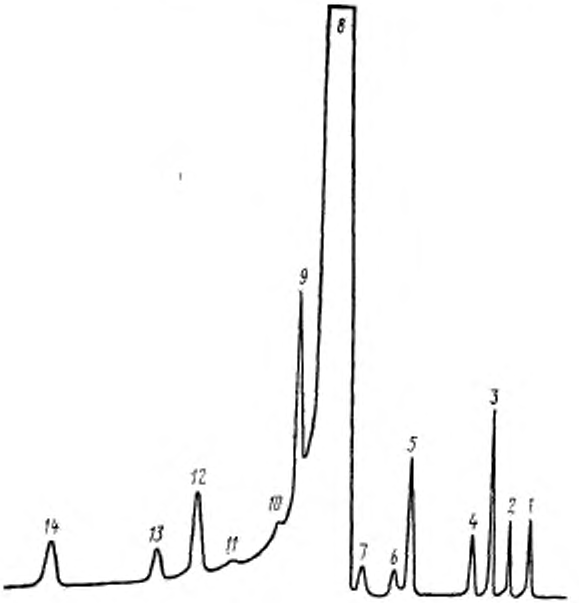
фенол по ГОСТ 23519—79, бесцветный, свежеперегнанный с температурой кипения 180—181°С;

раствор фенола массовой концентрации 0,1 г/дм³, свежеприготовленный;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

Хроматограмма анализа изопропилбензола, снятая на насадочной колонке



1—гексан; *2*—бензол; *3*—*н*-октан; *4*—толуол; *5*—этилбензол; *6*—*м, п*-ксилолы; *7*—*о*-ксилол; *8*—изопропилбензол; *9*—*н*-пропилбензол; *10*—*м*+ *п*-этилтолуол; *11*—третичный бутилбензол; *12*—*изо*+ вторичный бутилбензол; *13*—*м*+*п*-цимол; *14*—*н*-бутилбензол.

Черт. 2

раствор хлористого паранитрофенилдиазония, готовят следующим образом: 5 г паранитроанилина взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), растворяют в 1 дм³ кипящей дистиллированной воды и прибавляют 57,2 см³ раствора соляной кислоты. Перед использованием смешивают 70 см³ раствора паранитроанилина, предварительно охлажденного в ледяной воде, с 5 см³ раствора азотистокислого натрия, прибавляемого по каплям.

Полученный раствор паранитрофенилдиазония годен в течение суток.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4.2. *Построение градуировочного графика*

В десять мерных колб вместимостью 100 см³ вносят по 50 см³ воды и последовательно раствор фенола массовой концентрации 0,1 г/дм³ в объеме от 1 до 10 см³. Масса фенола в колбах соответственно будет равна от 0,0001 до 0,001 г.

В каждую колбу добавляют 9 см³ раствора гидроокиси натрия, 1 см³ раствора хлористого паранитрофенилдиазония, перемешивают, доводят объем раствора в колбах водой до метки и снова перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, добавляя те же реактивы в тех же объемах, кроме раствора фенола.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность приготовленных растворов фенола и контрольного раствора по отношению к воде на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 490 нм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу фенола в граммах, а по оси ординат — разность значений оптической плотности раствора фенола и контрольного раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.3. *Проведение анализа*

В делительную воронку помещают 100 см³ анализируемого изопропилбензола, приливают 9 см³ раствора гидроокиси натрия, энергично встряхивают воронку в течение 5 мин, дают отстояться 5 мин и нижний щелочной слой осторожно сливают в коническую колбу.

В делительную воронку с продуктом вносят около 15 см³ воды, раствор встряхивают и после расслоения сливают водный слой в ту же колбу. Щелочной экстракт количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 1 мл хлористого паранитрофенилдиазония, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и через 10 мин определяют оптическую плотность анализируемого раствора по п. 3.4.2.

Массовую долю фенола в пробе вычисляют в процентах. Найденную по графику массу фенола в граммах делят на плотность изопропилбензола.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10% от среднего полученного значения при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. Определение массовой доли хлора

3.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-Н-57;

воронка делительная по ГОСТ 25336—82 вместимостью 200 см³;

цилиндр по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 см³;

пипетки по ГОСТ 25336—82 вместимостью 1, 5 и 10 см³;
бюретки по ГОСТ 25336—82 вместимостью 5 и 10 см³;
колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100, 1000 см³;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;
раствор, содержащий ртуть (Hg, II); готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см³;
раствор, содержащий хлор (Cl); готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см³;
дифенилкарбазид, спиртовой раствор с массовой долей 1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77. Соответствующим разбавлением водой готовят раствор массовой концентрации 0,2 мг/см³. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5.2. *Построение градуировочного графика*

В пять мерных колб вместимостью 100 см³ вносят пипеткой по 5 см³ раствора дифенилкарбазида, затем добавляют в каждую колбу соответственно по 1, 2, 3, 4 и 5 см³ раствора, содержащего ртуть, доводят объем раствора в каждой колбе водой до метки и тщательно перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность приготовленных растворов по отношению к воде на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм при длине волны 580 нм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс объем раствора, содержащего ртуть, в кубических сантиметрах, а по оси ординат — соответствующее значение оптической плотности.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5.3. *Проведение анализа*

Перед анализом определяют титр (Т) раствора, содержащего ртуть. Для этого в три мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят пипеткой по 0,2; 0,3 и 0,5 см³ раствора, содержащего хлор, по 5 см³ раствора дифенилкарбазида и раствора, содержащего ртуть. Объем раствора доводят в колбах водой до метки, тщательно перемешивают и измеряют оптическую плотность, как указано в п. 3.5.2.

Для проведения анализа в делительную воронку помещают 100 см³ анализируемого изопропилбензола, добавляют 10 см³ воды и встряхивают в течение 5 мин. После отстаивания нижний слой сливают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Экстракцию хлора повторяют водой 2—3 раза. В полученный экстракт добав-

ляют 5 см³ раствора дифенилкарбазида и раствор, содержащий ртуть, в количестве, необходимом для окраски смеси в фиолетовый цвет. Объем раствора в колбе доводят до метки, тщательно перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность, как указано в 3.5.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5.4. *Обработка результатов*

Титр раствора (Т) в миллиграммах хлора на 1 см³ раствора, содержащего ртуть, вычисляют по формуле

$$T = \frac{V \cdot m}{V_1 - V_2},$$

где V — объем раствора, содержащего хлор, взятый для анализа, см³;

V_1 — объем раствора, содержащего ртуть, взятый для анализа, см³;

V_2 — объем раствора, содержащего ртуть, найденный по градуировочному графику, см³;

m — масса хлора в 1 см³ раствора, мг.

Массовую долю хлора (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_3 - V_4) \cdot T \cdot 100}{V_5 \cdot \rho \cdot 1000},$$

где V_3 — объем раствора, содержащего ртуть, взятый для анализа, см³;

V_4 — объем раствора, содержащего ртуть, найденный по градуировочному графику, см³;

T — титр раствора, содержащего ртуть, мг Cl/см³;

V_5 — объем изопропилбензола, взятый для анализа, см³;

ρ — плотность изопропилбензола, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10% от среднего полученного значения при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Технический изопропилбензол заливают и транспортируют в специально выделенных железнодорожных цистернах с верхним сливом или универсальным сливным прибором в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

Степень (уровень) заполнения цистерн рассчитывают с учетом полного использования (грузоподъемности) цистерн и объемного

расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

4.2. На железнодорожных цистернах несмываемой краской должна быть нанесена предупредительная надпись «Огнеопасно» и трафарет приписки.

Технический изопропилбензол в соответствии с классификацией опасных грузов по ГОСТ 19433—81 относится к 3-му классу, подклассу 3.3; шифр группы 3313.

4.3. Технический изопропилбензол хранят в стальных резервуарах под азотом по ГОСТ 9293—74 (высший или 1-й сорт).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие технического изопропилбензола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

Разд. 4, 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *С. И. Ковалева*

Сдано в наб. 08.07.86 Подп. в печ. 27.08.86 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,98 уч.-изд. л. Тираж 8000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндаугу, 12/14. Зак. 3821.

Изменение № 3 ГОСТ 20491—75 Изопропилбензол технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3868

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Последний абзац исключить.

Пункт 1.1. Таблица 1. Головку и показатель 4 изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма		Метод анализа
	Высший сорт ОКП 24 1441 0110	Первый сорт ОКП 24 1441 0130	
4. Массовая доля органических примесей, %, не более, в том числе:			
неароматических соединений	0,003	Не нормируется	По п. 3.3
этилбензола	0,03	0,15	По п. 3.3
н-пропилбензола	0,05	0,20	По п. 3.3
бутилбензолов и высших углеводородов	0,01	0,10	По п. 3.3

графа «Норма». Показатель 8. Заменить слова: «Не нормируется» на 0,001;

графа «Метод анализа». Показатель 2. Исключить слова: «разд. 2»;

примечание исключить.

Раздел 2*а* изложить в новой редакции:

«2а. Требования безопасности

2а.1. Технический изопропилбензол — легковоспламеняющаяся жидкость. Показатели пожаровзрывоопасности, определяемые по ГОСТ 12.1.044—84: температура вспышки 34 °С; температура самовоспламенения 424 °С; температурные пределы распространения пламени (воспламенения) 31—71 °С (расчетные); нижний и верхний концентрационные пределы распространения пламени (воспламенения) 0,9—6,5 % (по объему).

При высоких температурах (условия пожара) других токсических соединений в воздушной среде не образует.

2а.2. При производстве изопропилбензола и работе с ним должны соблюдаться требования пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004—85.

При загорании небольших количеств изопропилбензола необходимо применять следующие средства и способы тушения: песок, химическую пену, водяной

(Продолжение см. с. 232)

пар, инертный газ, асбестовое одеяло, а также ручные пенные огнетушители типов ОП-5, ОВП-5, ОВП-10 или углекислотные огнетушители типов ОУ-2, ОУ-5, ОУ-8. Для установок автоматического пенотушения применяют пенообразователи марок ПО-1, ПО-1А, ПО-1Д.

Для тушения пламени изопропилбензола, разлитого на значительной площади, и в резервуарах необходимо применять воздушно-механическую пену средней кратности.

Не допускаются к совместному хранению с изопропилбензолом вещества групп I, II, III, IVб, V, VI по ГОСТ 12.1.004—85.

2а.3. Технический изопропилбензол по степени воздействия на организм человека относится к малоопасным веществам (4-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005—88). Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров изопропилбензола в воздухе рабочей зоны — 50 мг/м³.

Концентрацию изопропилбензола в воздухе рабочей зоны определяют по методике, соответствующей требованиям ГОСТ 12.1.016—79 и утвержденной Минздравом СССР.

2а.4. При работе с изопропилбензолом необходимо применять средства индивидуальной защиты.

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

2а.5. Защита окружающей среды при производстве изопропилбензола должна быть обеспечена тщательной герметизацией технологического оборудования.

2а.6. Помещения, в которых проводятся работы с изопропилбензолом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией.

Не допускается применение открытого огня и источников искрообразования. Электрооборудование и освещение должны быть во взрывобезопасном исполнении, оборудование и трубопроводы — заземлены.

Электростатическая искробезопасность — по ГОСТ 12.1.018—86.

2а.7. Не допускается применение сжатого воздуха при сливе и перекачке изопропилбензола.

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: «2. Приемка».

Пункт 2.1. Второй абзац. Исключить слова: «но не более 120 т»;

дополнить словами: «При транспортировании изопропилбензола по трубопроводу размер партии устанавливают по согласованию с потребителем».

Пункт 2.2. Шестой абзац. Исключить слова: «брутто и»;

последний абзац исключить;

дополнить абзацем: «При поставке изопропилбензола на экспорт форма документа о качестве должна соответствовать требованиям внешнеэкономической организации».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.5: «2.5. Плотность изопропилбензола при 20 °С изготовитель определяет периодически по требованию потребителя, а продукта на экспорт — в каждой партии. Массовые доли фенола, общей серы и хлора изготовитель определяет периодически не реже одного раза в квартал или по требованию потребителя, а для продукта на экспорт — в каждой партии.

(Продолжение см. с. 233)

Массовую долю хлора в продукте, предназначенном для производства α-метилстирола, изготовитель определяет в каждой партии.

При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний изготовитель проверяет каждую партию до получения удовлетворительных результатов не менее чем на трех партиях подряд».

Пункты 3.1, 3.2 изложить в новой редакции: «3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 2517—85. Объем объединенной пробы должен быть не менее 1 $дм^3$.

3.2. Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3*а* (перед п. 3.3): «3.3а. Плотность анализируемого изопропилбензола определяют по ГОСТ 18995.1—73 с помощью ареометра или пикнометра.

При разногласиях в оценке плотности определение проводят с помощью пикнометра».

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции:

«3.3.1. *Аппаратура и реактивы:*

хроматограф газовый лабораторный типа ЛХМ-80 с пламенно-ионизационным детектором, устройством для обработки капиллярной колонки и микрошприцем;

колонка газохроматографическая капиллярная из меди или нержавеющей стали длиной 50 м, внутренним диаметром 0,25—0,35 мм или колонка газохроматографическая насадочная из нержавеющей стали длиной 2 м, внутренним диаметром 2—3 мм;

весы лабораторные общего назначения 2 и 3-го классов точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшими пределами взвешивания 200 г и 1 кг;

шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий нагрев до 150—200 °С;

баня водяная;

насос вакуумный или водоструйный;

микрошприц типа МШ-10;

лупа измерительная по ГОСТ 25706—83 с ценой деления 0,1 мм;

линейка измерительная по ГОСТ 427—75 с ценой деления 1 мм;

секундомер по ГОСТ 5072—79;

набор сит «Физприбор»;

стакан В-1 — 50 ТС по ГОСТ 25336—82;

колба К-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82;

пипетка по ГОСТ 20292—74 вместимостью 10 $см^3$;

носитель твердый — хромосорб *W* с частицами размером 0,17—0,25 мм или хроматон N—AW, или другой диатомитовый носитель, обеспечивающий аналогичное разделение примесей, любая фракция с частицами размером 0,125—0,315 мм;

фаза неподвижная жидкая — динонилфталат для хроматографии, ч. д. а., или бентон любой марки и масло вазелиновое медицинское по ГОСТ 3164—78;

«эталон внутренний» — *н*-октан, х. ч.;

бензол по ГОСТ 5955—75, х. ч.;

ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.;

эфир этиловый по ГОСТ 6265—74;

изопропилбензол для хроматографии, ч. д. а.;

этилбензол, ч.;

гексан, х. ч. (для приготовления искусственных смесей) и ч.;

ксилол (любой из изомеров): *о*-ксилол, ч.; *м*-ксилол, ч.; *п*-ксилол, ч.;

н-пропилбензол, ч.;

бутилбензол (любой из изомеров): *н*-бутилбензол, ч.; изо-бутилбензол, ч.; втор-бутилбензол, ч.; трет-бутилбензол, ч.;

газ-носитель — азот газообразный по ГОСТ 9293- 74;

водород технический по ГОСТ 3022—80 марки А или Б высшего сорта;

воздух сжатый для питания приборов;

толуол, ч.;

(Продолжение см. с. 234)

этилтолуол (*м*- или *п*-изомер), ч.;

цимол (любой из изомеров): *о*-цимол, ч.; *м*-цимол, ч.; *п*-цимол, ч.».

Пункт 3.3.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «типа «Цвет» на «типа ЛХМ-80»;

второй абзац. Заменить слова: «диэтиловый» на «этиловый» (2 раза).

Пункт 3.3.2.2 дополнить абзацем (перед первым): «Твердый носитель рассеивают на ситах для отбора нужной фракции, высушивают в сушильном шкафу при температуре 120—150 °С в течение 3—4 ч»;

третий абзац. Заменить слова: «до второго десятичного знака» на «до первого десятичного знака»;

четвертый, пятый абзацы изложить в новой редакции: «Содержимое колбы перемешивают путем осторожного встряхивания в течение 0,5 ч, затем колбу закрывают пробкой с двумя стеклянными трубками, по одной из которых подают азот для продувки, и отгоняют растворитель на водяной бане при температуре 70—75 °С с периодическим встряхиванием до сыпучего состояния насадки. Для полного удаления растворителя колбу с содержимым на 0,5 ч подсоединяют к водоструйному или вакуумному насосу.

Колонку заполняют приготовленной сухой насадкой при непрерывном постукивании по колонке либо с помощью вибратора. Допускается заполнение колонки несколькими фракциями сорбента (кроме хромосорба W) с постепенно уменьшающимся по длине колонки размером частиц (фракции 0,25—0,30 мм, 0,20—0,25 мм, 0,14—0,20 мм, 0,125—0,140 мм в равных соотношениях). Заполненную колонку устанавливают в термостат прибора и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью 3—4 дм³/ч в течение 12 ч при 100 °С. После кондиционирования колонку присоединяют к детектору».

Пункт 3.3.3. Таблица 2. Графа «Хроматограф». Заменить значения: 20 на 30, 45 на 65.

Пункт 3.3.3а. Первый абзац. Заменить слова: «Количественное содержание примесей» на «Массовую долю примесей в изопропилбензоле»;

чертежи 1, 2 заменить новыми *(см. с. 235—236)*;

второй абзац. Заменить слова: «три искусственных смеси» на «не менее трех искусственных смесей»; «0,01; 0,03 и 0,05 г соответственно» на «0,01—0,05 % каждого»;

третий абзац дополнить словами: «кроме примеси высших углеводородов»;

четвертый абзац. Заменить значения: «около 100 г» на 20—25 г, 5—7 мм³ на 5—10 мм³;

пятый абзац. Заменить слова: «пять» на «не менее трех»;

дополнить абзацами: «Градуировочный коэффициент для примеси высших углеводородов принимают равным градуировочному коэффициенту любого изомера цимола.

Допускается градуировочный коэффициент *н*-пропилбензола определять по искусственным смесям, состоящим из бензола и 0,03—0,05 % примеси изопропилбензола. При расчете массу навески изопропилбензола принимают за массу *н*-пропилбензола, а площадь пика изопропилбензола — за площадь пика *н*-пропилбензола».

Пункт 3.3.4 дополнить абзацами: «Допускается дозировка «внутреннего эталона» по объему. Для этого 22—25 см³ анализируемого изопропилбензола взвешивают в колбе с резиновым уплотнителем или с притертой пробкой. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Туда же микрошприцем вводят 10 мм³ «внутреннего эталона» таким образом, чтобы конец иглы был погружен в продукт.

Массу «внутреннего эталона» ($m_{эт}$) в граммах вычисляют по формуле

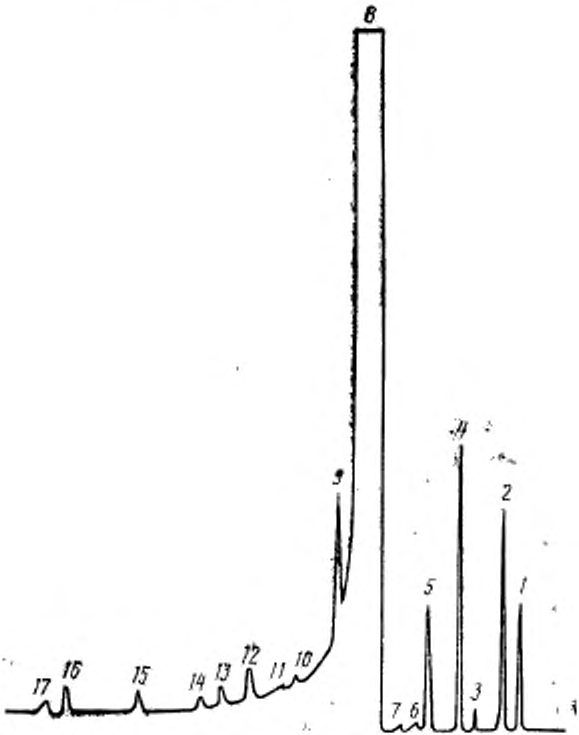
$$m_{эт} = \frac{V \cdot 0{,}703}{1000},$$

где V — объем введенного «внутреннего эталона», мм³;

0,703 — плотность «внутреннего эталона (*н*-октана), г/см³».

(Продолжение см. с. 235)

Хроматограмма анализа изопропилбензола, снятая на капиллярной колонке

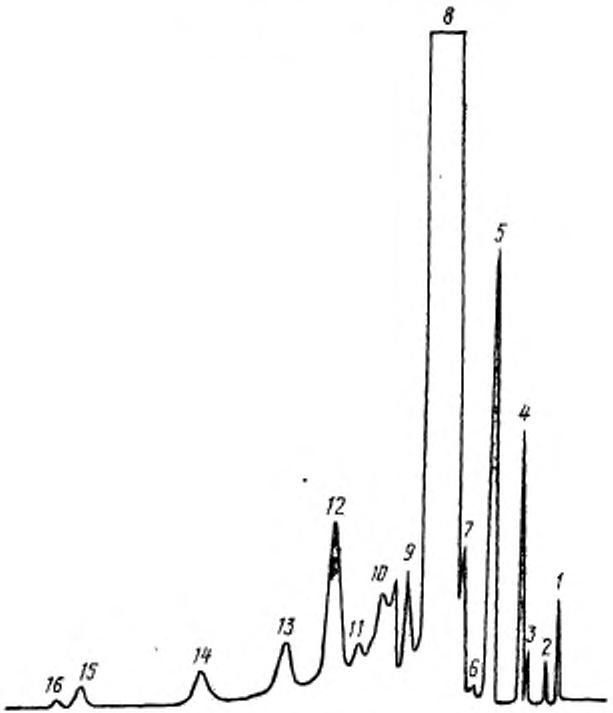


1 — гексан; *2* — бензол; *3* — толуол; *4* — *м*-октан; *5* — этилбензол; *6* — *м*+*п*-ксилолы; *7* — *о*-ксилол; *8* — изопропилбензол; *9* — *м*-пропилбензол; *10* — *м*+*п*-этилтолуол; *11* — третичный бутилбензол; *12* — изо+вторичный бутилбензол; *13* — *м*-цимол; *14* — *п*-цимол; *15* — *м*-бутилбензол; *16, 17* — высшие углеводороды (диизопропилбензолы)

Черт. 1

(Продолжение см. с. 236)

Хроматограмма анализа изопропилбензола, снятая на насадочной колонке



1 — гексан; *2* — бензол; *3* — толуол; *4* — н-оксилол; *5* — этилбензол; *6* — м+п-ксилолы; *7* — о-ксилол; *8* — изопропилбензол; *9* — н-пропилбензол; *10* — м+п-этилтолуол; *11* — третичный бутилбензол; *12* — изо+вторичный бутилбензол; *13* — м+п-цимол; *14* — н-бутилбензол; *15, 16* — высшие углеводороды (диизопропилбензолы)

Черт. 2

(Продолжение см. с. 237)

Пункты 3.3.5, 3.4.1 изложить в новой редакции:

«3.3.5. *Обработка результатов*

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

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

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

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

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

m — масса анализируемого изопропилбензола, г.

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

Площади пиков вычисляют, умножая высоту пика на ширину, измеренную на середине высоты. Допускается производить расчет по высотам пиков. При неполном разделении компонентов высоту пика считают от начала выхода трудноотделимого компонента. При разногласиях в оценке массовых долей примесей расчет ведут по площадям пиков.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемые расхождения, указанные в табл. 3, при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

Таблица 3

Массовая доля определяемого компонента, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,009	0,0006
» 0,01 » 0,09	0,007
» 0,1 » 0,2	0,015

Массовую долю изопропилбензола (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

Результат округляют до второго десятичного знака.

3.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

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

колориметр фотоэлектрический лабораторный по ГОСТ 12083—78 любого типа;

колба Кн-1—250—19/26 (24/29) по ГОСТ 25336—82;

колбы 2(4)—100—2 по ГОСТ 1770—74;

цилиндры 2(4)—25 и 2(4)—100 по ГОСТ 1770—74;

пипетки по ГОСТ 20292—74 вместимостью 1, 5, 10 и 50 см³;

воронка делительная по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³;

п-нитроанилин, ч. д. а.;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой долей 25 %;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., раствор с массовой долей 1 %;

фенол по ГОСТ 23519—79 1-го сорта, бесцветный, свежеперегнанный с температурой кипения 180—181 °С; отгон фенола проводят на обычной установке для перегонки органических химических продуктов, при этом в холодильник подают

(Продолжение см. с. 238)

подогретую до 50—60 °С воду с целью предотвращения кристаллизации фенола в холодильнике;

раствор фенола массовой концентрации 0,1 г/дм³, свежеприготовленный;

раствор хлористого паранитрофенилдиазония; готовят следующим образом: 5 г *п*-нитроанилина взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), растворяют в 1 дм³ кипящей воды и прибавляют 57,2 см³ раствора соляной кислоты. Перед использованием смешивают 70 см³ раствора *п*-нитроанилина, предварительно охлажденного в ледяной воде, с 5 см³ раствора азотистокислого натрия, прибавляемого по каплям. Полученный раствор паранитрофенилдиазония годен в течение суток».

Пункт 3.4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «В пять мерных колб вместимостью 100 см³ вносят по 50 см³ воды и последовательно раствор фенола массовой концентрации 0,1 г/дм³ в объеме 1,5; 3,0; 5,0; 10,0; 12,0 см³. Масса фенола в колбах соответственно будет равна 0,00015; 0,00030; 0,00050; 0,00100; 0,00120 г».

Пункт 3.4.3. Первый абзац. Исключить слово: «энергично»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0002 %, при доверительной вероятности $P=0,95$. Результат записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 3.5.1. Первый—пятый абзацы изложить в новой редакции: «колориметр фотоэлектрический лабораторный по ГОСТ 12083—78 любого типа;

воронка делительная по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³;

цилиндр 2 (4)—100 по ГОСТ 1770—74;

пипетки по ГОСТ 20292—74 вместимостью 1, 5 и 10 см³;

бюретки по ГОСТ 20292—74 вместимостью 5 и 10 см³»;

восьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

девятый абзац. Заменить обозначение: «(Hg, II)» на «(Hg, II)»;

десятый абзац. Заменить слово: «хлор» на «хлориды».

Пункт 3.5.3. Второй абзац после слова «доводят» дополнить словом: «водой».

Пункт 3.5.4. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0002 %, при доверительной вероятности $P=0,95$. Результат записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 4.2. Второй абзац изложить в новой редакции: «Технический изопропилбензол в соответствии с классификацией опасных грузов по ГОСТ 19433—88 относится к 3-му классу, подклассу 3.3, знак опасности — по черт. 3, классификационный шифр 3313, серийный номер ООН 1918».

(ИУС № 3 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru