МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
9385—
2013**

ЭТИЛБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») и ЗАО «СИБУР Холдинг»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 октября 2013 г. № 60-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1839-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9385—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 9385—77

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 3
4 Требования безопасности 3
5 Требования охраны окружающей среды 4
6 Правила приемки 5
7 Методы анализа 5
7.1 Отбор проб 5
7.2 Общие указания 5
7.4 Определение реакции водной вытяжки 5
7.5 Определение массовой доли этилбензола, изопропилбензола и диэтилбензола 6
7.6 Определение массовой доли диэтилбензола в этилбензоле методом абсолютной калибровки 11
7.7 Определение массовой доли железа 11
7.8 Определение массовой доли хлора (метод А) 12
7.9 Определение массовой доли хлора в этилбензоле (метод Б) 14
8 Транспортирование и хранение 17
9 Гарантии изготовителя 17
Приложение А (справочное) Перечень нормативных документов, действующих в Российской Федерации 18
Библиография 19

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

ЭТИЛБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical ethyl benzene. Specifications

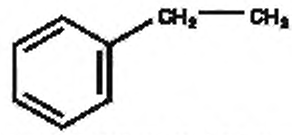
Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

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

Формулы:

- эмпирическая: C_8H_{10}
- структурная:



Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 2011 г.) — 106,16*.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.011 Система стандартов безопасности труда. Смеси взрывоопасные. Классификация и методы испытаний**

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.121 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Противогазы фильтрующие. Общие технические условия

* В перечне международных атомных масс 2011 г., принятых Международным союзом теоретической и прикладной химии (IUPAC), атомные массы некоторых элементов указаны в виде интервалов. Для упрощения при расчете молекулярной атомной массы соединения были использованы средние значения из приведенных интервалов.

** Действуют ГОСТ 30852.2—2002 (МЭК 60079-1А:1975), ГОСТ 30852.5—2002 (МЭК 60079-4:1975), ГОСТ 30852.11—2002 (МЭК 60079-12:1978), ГОСТ 30852.19—2002 (МЭК 60079-20:1996).

Издание официальное

ГОСТ 12.4.235 (EN 14387:2008) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Фильтры противогазовые и комбинированные. Общие технические требования. Методы испытаний. Маркировка

ГОСТ 17.2.3.02 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями*

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3273 Натрий металлический технический. Технические условия

ГОСТ 4139 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4520 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5955 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 6006 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10555 Реактивы и особо чистые вещества. Колориметрические методы определения примеси железа

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13380 Нефтепродукты. Метод определения микропримесей серы

ГОСТ 14296 Смазка ВНИИ НП-279. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия**

ГОСТ 18995.1 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25706 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.3 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251 (ИСО 3851-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58577—2019.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013.

настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Технический этилбензол должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

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

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		Метод анализа
	высший сорт	1-й сорт	
1 Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость		По 7.3 настоящего стандарта
2 Реакция водной вытяжки	Нейтральная		По 7.4 настоящего стандарта
3 Плотность при 20 °С, г/см^3	0,866—0,870		По ГОСТ 18995.1 или стандарту [1]
4 Массовая доля этилбензола, %, не менее	99,80	99,50	По 7.5 настоящего стандарта
5 Массовая доля диэтилбензола, %, не более	0,0005	0,0005	По 7.5 и 7.6 настоящего стандарта
6 Массовая доля изопропилбензола, %, не более	0,01	0,03	По 7.5 настоящего стандарта
7 Массовая доля серы, %, не более	0,0003	Не определяют	По ГОСТ 13380
8 Массовая доля железа, %, не более	0,00001	Не определяют	По ГОСТ 10555 и 7.7 настоящего стандарта
9 Массовая доля хлора, %, не более	0,0005	0,0010	По 7.8 и 7.9 настоящего стандарта
Примечание — Массовые доли серы и железа определяют только в этилбензоле, предназначенном для производства окиси пропилена.			

3.3 Качество технического этилбензола, предназначенного для экспорта, должно соответствовать требованиям договора (контракта) с иностранным покупателем.

4 Требования безопасности

4.1 По степени воздействия на организм технический этилбензол относят к малоопасным веществам (4-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007). Этилбензол обладает общетоксическим, наркотическим и кожно-резорбтивным действием, сильной кумулятивностью, оказывает раздражающее действие на кожу и слизистую оболочку глаз.

4.2 Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров этилбензола в воздухе рабочей зоны — 50 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005. ПДК максимально разовая в воздухе рабочей зоны —150 мг/м^3, среднесменная — 50 мг/м^3*. Превышение ПДК вызывает поражение крови и кроветворных органов, раздражение слизистых оболочек, головную боль, головокружение, боли в области сердца, раздражение кожи, першение в горле, кашель, нарушение ритма дыхания. При больших концентрациях — нарушение координации движений, клонико-тонические судороги, снижение болевой чувствительности, температуры тела, уменьшение частоты дыхания и сердечной деятельности. При высоких температурах этилбензол других токсичных соединений в воздушной среде не образует.

При попадании этилбензола на кожу следует промыть подвергшийся воздействию участок кожи большим количеством воды, а затем смазать кожу смягчающим кремом.

* Перечень нормативных документов, действующих в Российской Федерации, представлен в приложении А.

Контроль за содержанием этилбензола в воздухе рабочей зоны проводят по методикам, утвержденным органами здравоохранения.

4.3 Технический этилбензол — легковоспламеняющаяся жидкость:

- температура вспышки в закрытом тигле — 20 °С;
- температура вспышки в открытом тигле — 24 °С;
- температура самовоспламенения — 430 °С;

Концентрационные пределы воспламенения паров смеси с воздухом при 100 °С, % об.:

- нижний — 1,0;
- верхний — 6,8.

Температурные пределы воспламенения, °С:

- нижний — 20;
- верхний — 59.

Категория и группа взрывоопасности — IIA-T2 по ГОСТ 12.1.011.

4.4 Индивидуальные средства защиты: фильтрующий противогаз марки А или БКФ по ГОСТ 12.4.121 или с комбинированным фильтром ДОТ 600 марки А2В2Е2К2Р3 по ГОСТ 12.4.235 и специальная одежда.

4.5 В производственных условиях должна быть предусмотрена герметизация производственного оборудования, приточно-вытяжная вентиляция. В закрытых помещениях места отбора технологических проб должны быть оборудованы вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.6 Не допускается применение открытого огня и источников искрообразования.

Электрооборудование и освещение должны быть во взрывобезопасном исполнении, оборудование и трубопроводы — заземлены. Запрещается применение сжатого воздуха при сливе и перекачке этилбензола. Для предотвращения электростатического искрообразования при производстве этилбензола следует выполнять требования ГОСТ 12.1.018.

4.7 При возгорании небольших количеств этилбензола в качестве первичных средств тушения следует применять пенные, углекислотные, хладоновые и порошковые огнетушители, песок.

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

4.8 При разливе этилбензола его убирают, посыпая место разлива песком. Пропитанный этилбензолом песок выносят в специально выделенное место.

4.9 Размещение и обезвреживание производственных отходов проводят на полигонах промышленных отходов и в шламохранилищах. Ликвидация — сжиганием*.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 ПДК этилбензола в воде водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения — 0,002 мг/л. Лимитирующий показатель вредности — органолептический (по запаху), класс опасности — 1*.

5.2 Предельно допустимая концентрация этилбензола в воде водоемов рыбохозяйственного назначения — 0,001 мг/дм^3. Лимитирующий показатель вредности — токсикологический, класс опасности — 3*.

5.3 С целью охраны окружающей среды от загрязнений сточными водами должен быть организован производственный экологический контроль за соблюдением установленных нормативов ПДК загрязняющих веществ в сточных водах.

Правила установления нормативов ПДК загрязняющих веществ в сточных водах и контроль за их соблюдением осуществляют в порядке, установленном нормативными правовыми актами страны-изготовителя.

5.4 Максимально разовая ПДК этилбензола в атмосферном воздухе населенных мест — 0,02 мг/м^3. Лимитирующий показатель вредности — рефлекторный, класс опасности — 3 по ГОСТ 12.4.235.

5.5 С целью охраны атмосферного воздуха от загрязнений выбросами вредных веществ должен быть организован контроль за соблюдением нормативов выбросов загрязняющих веществ в атмосферный воздух.

Правила установления допустимых выбросов в атмосферу и контроль за их соблюдением — по ГОСТ 17.2.3.02.

---

* Перечень нормативных документов, действующих в Российской Федерации, представлен в приложении А.

6 Правила приемки

6.1 Партией считают количество однородного по показателям качества продукта, сопровождаемое одним документом о качестве.

6.2 Документ о качестве должен содержать:

- наименование страны-изготовителя;
- наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак и юридический адрес;
- наименование продукта и его сорт;
- номер партии, количество мест в партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- предупредительную надпись: «Огнеопасно»;
- результаты проведенных анализов;
- обозначение настоящего стандарта;
- подпись и штамп службы контроля качества.

6.3 Для проверки качества технического этилбензола на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта от партии отбирают каждую четвертую цистерну, но не менее двух цистерн.

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

6.4 Показатели «массовая доля серы» и «массовая доля железа» изготовитель определяет по требованию потребителя.

6.5 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 распространяют на всю партию. При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний их переводят в приемо-сдаточные до получения положительных результатов на пяти партиях подряд.

7 Методы анализа

7.1 Отбор проб

Пробы отбирают по ГОСТ 2517. Объем объединенной пробы должен быть не менее 0,5 $дм^3$.

7.2 Общие указания

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

7.2.2 Допускается применять другие методы анализа, обеспечивающие требуемую точность и достоверность результатов определения.

При разногласиях в оценке качества продукта анализ проводят методами, указанными в настоящем стандарте, с применением средств измерений, оборудования и реактивов, предусмотренных этими методами.

7.2.3. При разногласиях в оценке плотности определение проводят по стандарту [1].

7.2.4 Результаты определения округляют до того количества значащих цифр, которому соответствует норма по данному показателю.

7.2.5 Все применяемые средства измерения должны быть поверены, испытательное оборудование — аттестовано.

7.3 Внешний вид определяют сравнением этилбензола и дистиллированной воды (ГОСТ 6709), налитых в одинаковые цилиндры из бесцветного стекла диаметром 30—40 мм, в проходящем свете при температуре 15 °С —30 °С.

7.4 Определение реакции водной вытяжки

7.4.1 Посуда, реактивы, растворы

Воронка ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-25-1 и 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1-50 ТС по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

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

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

7.4.2 Проведение анализа

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

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 стакана — в красный цвет.

7.5 Определение массовой доли этилбензола, изопропилбензола и диэтилбензола

7.5.1 Аппаратура, посуда, реактивы

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором или аппаратно-хроматографический комплекс, оснащенный блоком управления хроматографом и блоком обработки хроматографической информации с программным обеспечением.

При использовании хроматографа с программным обеспечением все измерения проводят согласно руководству пользователя программно-аппаратного комплекса для сбора и обработки хроматографических данных.

Колонки газохроматографические (насадочные длиной 1 и 3 м, внутренним диаметром 3 мм, микронасадочные, капиллярные), обеспечивающие четкое (удовлетворительное) разделение компонентов пробы продукта.

Весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ± 0,2 мг и весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью ± 100 мг.

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

Баня водяная.

Насос вакуумный или водоструйный.

Микрошприц типа МШ-10 вместимостью 10 $мм^3$.

Линейка измерительная с ценой деления 1 мм.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706 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.

Колба К-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

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

Фаза жидкая насадочной колонки: эфир ди-2-этилгексиловый себациновой кислоты, ч. д. а., для хроматографии.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

н-Гексан, ч. или х. ч., для 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, х. ч.

Толуол по ГОСТ 5789.

Этилбензол, ч. д. а. или х. ч., для хроматографии.

о-Ксилол, ч. или х. ч., для хроматографии.

Изопропилбензол, ч. или х. ч., для хроматографии.

Диэтилбензол, ч. (любой из изомеров).

Газ-носитель азот газообразный технический по ГОСТ 9293, или аргон по ГОСТ 10157, или гелий.

Водород технический марки А или Б по ГОСТ 3022.

Воздух сжатый для питания приборов.

7.5.2 Подготовка к анализу

7.5.2.1 Приготовление неподвижной фазы для насадочной колонки.

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

Для приготовления неподвижной фазы взвешивают в стакане ди-2-этилгексиловый эфир себациновой кислоты в количестве 10 % массы твердого носителя (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) и растворяют в этиловом спирте (80 % 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 °С — 65 °С, периодически встряхивая до сыпучего состояния насадки. Для полного удаления растворителя колбу с насадкой подсоединяют к водоструйному или вакуумному насосу 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 $см^3$/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. Хроматографические колонки могут входить в комплект поставки и быть установлены непосредственно в хроматограф на предприятии-изготовителе.

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 $см^3$ приготовленной смеси вводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ с бензолом. Смесь тщательно перемешивают и анализируют при условиях, указанных в 7.5.2.2.

7.5.2.2 Условия проведения анализа

Анализ этилбензола проводят на двух колонках насадочного типа длиной 1 и 3 м или других колонках, обеспечивающих четкое разделение компонентов пробы продукта. 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. Хроматограмму на капиллярной колонке снимают для определения всех примесей, содержащихся в этилбензоле, включая примесь диэтилбензола.

При использовании других типов хроматографов условия проведения анализа должны быть подобраны с учетом особенностей прибора. При этом степень разделения компонентов должна быть не хуже, чем на типовых хроматограммах.

Условия градуировки и работы хроматографа указаны в таблице 2.

Таблица 2 — Условия градуировки и работы хроматографа

Параметр	Длина колонки, м	
	3	1
Температура термостата, °С	95—100	
Температура испарителя, °С	200—220	
Объемный расход газа-носителя, $см^3$/мин	25—30	20—30
Объем вводимой пробы, $мм^3$	Не более 2	Не менее 2
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	200—240	
Продолжительность анализа, мин	30	25—40
Входное сопротивление, А	10^{-10}	10^{-12}

Окончание таблицы 2

Параметр	Длина колонки, м	
	3	1
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 фиксируют при скорости движения диаграммой ленты 720 мм/ч с последующим учетом соотношения скоростей при обсчете хроматограмм.

7.5.2.3 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 (рисунок 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 7.5.2.2.

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

$$K_i = \frac{S_{эт}\ X_i}{S_i\ X_{эт}}, \qquad (1)$$

где $S_{эт}$ — площадь пика внутреннего эталона, мм^2;

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

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм^2;

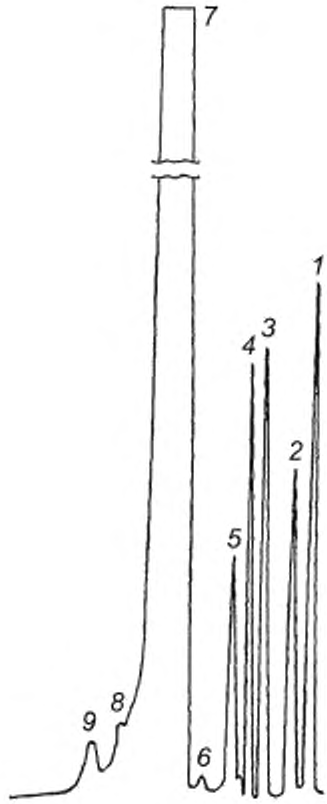
$X_{эт}$ — массовая доля внутреннего эталона в искусственной смеси, %.

Площадь пика вычисляют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты. Градуировочный коэффициент для каждой примеси определяют как среднеарифметическое значение полученных результатов.

7.5.3 Проведение анализа

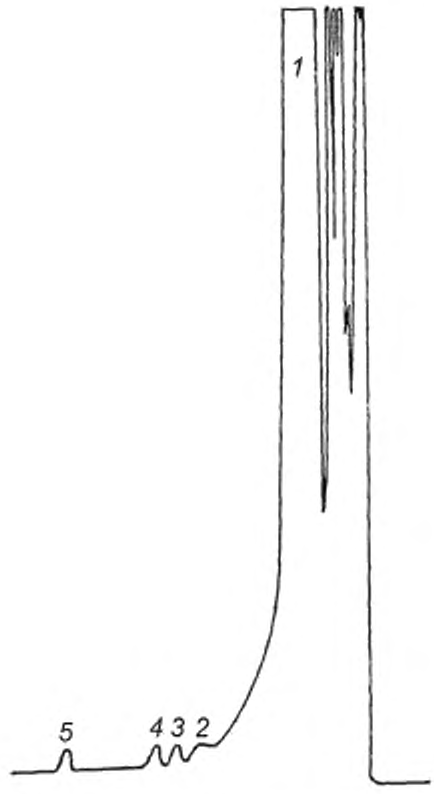
Не менее 10 г (или не менее 50 г при определении примеси диэтилбензола) анализируемого этилбензола взвешивают в колбе с резиновым уплотнением или с притертой пробкой, затем добавляют 5—7 мм^3 внутреннего эталона и снова взвешивают. Все результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Смесь тщательно перемешивают и вводят в испаритель хроматографа.

Хроматограммы товарного этилбензола приведены на рисунках 1 и 2.



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

Рисунок 1 — Хроматограмма этилбензола



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

Рисунок 2 — Хроматограмма определения диэтилбензола в этилбензоле

7.5.4 Обработка результатов

Массовую долю каждой примеси в этилбензоле X_i, %, вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i S_i m_{эт} 100}{S_{эт} m}, \quad (2)$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм^2;

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

$S_{эт}$ — площадь пика внутреннего эталона, мм^2;

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 по хроматограмме, изображенной на рисунке 2.

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

Массовую долю этилбензола X, %, вычисляют по формуле

$$X = 100 - \sum X_i, \quad (3)$$

где $\sum X_i$ — сумма массовых долей всех примесей, определяемых хроматографическим методом.

Результат округляют до второго десятичного знака.

Метрологические характеристики указаны в таблице 3.

Таблица 3 — Метрологические характеристики метода (P = 0,95) В процентах

Массовая доля определяемого компонента	Стандартное отклонение повторяемости	Предел повторяемости r
От 99,50 до 99,80	0,015	0,05
От 0,01 до 0,03	0,001	0,003
От 0,0005	0,0001	0,0002

7.5.5 Определение массовой доли диэтилбензола в этилбензоле допускается проводить методом абсолютной калибровки в соответствии с 7.6.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли диэтилбензола определение проводят по 7.5.

7.6 Определение массовой доли диэтилбензола в этилбензоле методом абсолютной калибровки

7.6.1 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 7.5.2).

Градуировочный фактор f, мг/мм^2, вычисляют по формуле

$$f = \frac{m_f}{S_f}, \quad (4)$$

где m_f — масса диэтилбензола в искусственной смеси, мг;

S_f — площадь пика диэтилбензола, мм^2.

Градуировочный фактор определяют как среднеарифметическое значение полученных результатов для каждой смеси.

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

Массовую долю диэтилбензола X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{f\,S\,100}{V\,\rho}, \quad (5)$$

где f — градуировочный фактор для диэтилбензола, мг/мм^2;

S — площадь пика диэтилбензола, мм^2;

V — объем вводимой пробы, мм^3;

ρ — плотность пробы, мг/мм^3 (0,87 мг/мм^3).

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,0002 % при доверительной вероятности P = 0,95. Результат вычисления округляют до четвертого десятичного знака.

7.7 Определение массовой доли железа

7.7.1 Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555, 2,2'-дипиридиловым или 1,10-фенантролиновым методом или сульфосалициловым методом. Подготовку пробы осуществляют в соответствии с 7.7.2.

7.7.2 100 г анализируемого этилбензола, отфильтрованного от механических примесей, выпаривают досуха в платиновой чашке вместимостью 100—225 см^3 (ГОСТ 6563) на водяной бане. Чашку помещают в муфельную печь и выдерживают 15 мин при 500 °С — 550 °С. После охлаждения к сухому остатку добавляют 1 см^3 соляной кислоты (ГОСТ 3118), прикрывают чашку часовым стеклом и выпаривают на водяной бане в течение 30 мин. Затем водой смывают часовое стекло в чашку, выпаривают раствор до одной капли, туда же добавляют 5—10 см^3 воды и количественно переносят содержимое чашки в мерный цилиндр, доводя его объем до 20 см^3 водой.

7.8 Определение массовой доли хлора (метод А)

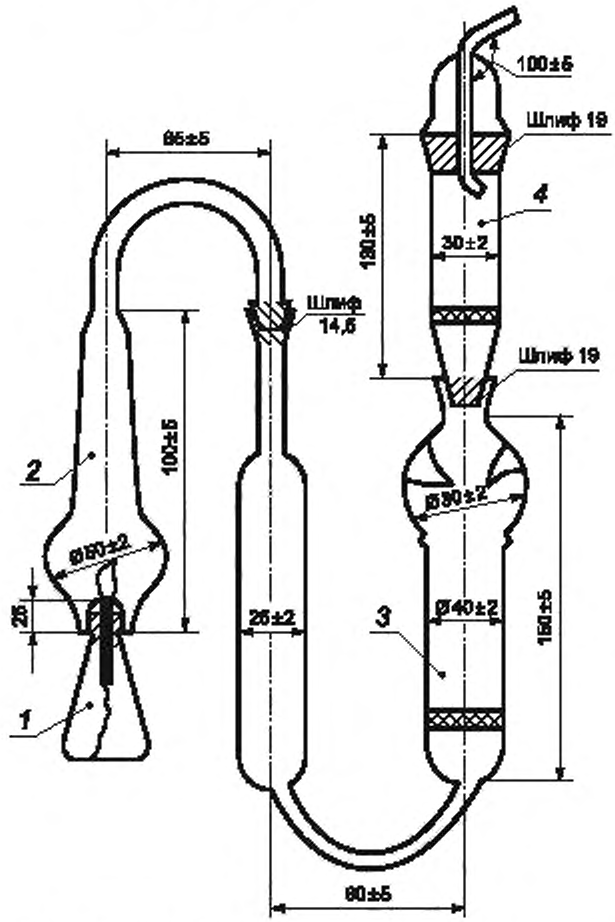
7.8.1 Сущность метода

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

7.8.2 Приборы, реактивы и растворы

Прибор для сжигания (рисунок 3), состоящий из колбочки вместимостью 30—50 $см^3$, в пробку которой впаяно сопло диаметром 5—7 мм, лампового стекла, поглотителя со стеклянной пористой пластинкой №1 и брызгоулавливателя с такой же пористой пластинкой.

Допускается использовать автоматический анализатор, обеспечивающий правильность проведения анализа и точность измерения результатов.



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

Рисунок 3 — Прибор для сжигания

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

Насос вакуумный или водоструйный.

Колориметр фотоэлектрический или спектрофотометр с комплектом стеклянных кювет с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ± 0,2 мг.

Цилиндр 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-1-(1, 2, 5, 10) по ГОСТ 29169.

Колбы 2-25-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

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

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор молярной концентрации $c(AgNO_3)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации $c(NaOH)$ = 0,01 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 или калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор молярной концентрации $c(KOH)$ = = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.) готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233; раствор, содержащий 1 мг хлора в 1 см^3, готовят по ГОСТ 4212; раствор, содержащий 0,01 мг хлора в 1 см^3, готовят разбавлением в 100 раз. Раствор применяют свежеприготовленным.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.8.3 Подготовка к анализу

7.8.3.1 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика растворы сравнения готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 25 см^3 вносят 1, 2, 3, 4 и 5 см^3 раствора хлористого натрия и доводят объем до 15 см^3 дистиллированной водой. В каждую колбу добавляют по 1 см^3 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 помещают растворы сравнения в кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм и измеряют оптическую плотность по отношению к контрольному раствору, не содержащему хлористый натрий, при синем светофильтре [длина волны — (400 ± 10) нм].

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

7.8.4 Проведение анализа

В поглотитель вносят 10 см^3 раствора щелочи, закрывают его брызгоулавливателем, в который предварительно наливают 1—2 см^3 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 см^3 этилового спирта (соотношение этилбензола к спирту — 1:3). Закрывают колбу пришлифованной пробкой со вставленным в нее фитилем из хлопчатобумажных ниток, которые предварительно обрабатывают раствором азотной кислоты с массовой долей 5 % в течение 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 см^3 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 см^3.

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

Если объем раствора в цилиндре превышает 20 см^3, его упаривают до 20 см^3. Весь раствор помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, добавляют по 1 см^3 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 анализируемом растворе и контрольном опыте, находят по графику массовую долю хлора в миллиграммах.

7.8.5. Обработка результатов

Массовую долю хлора X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m\,100}{1000\,V\,\rho}, \quad (5)$$

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

V — объем этилбензола, взятый для анализа, см^3;

ρ — плотность этилбензола, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,0002 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.9 Определение массовой доли хлора в этилбензоле (метод Б)

7.9.1 Сущность метода

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.

7.9.2 Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Колориметр фотоэлектрический или спектрофотометр с комплектом стеклянных кювет с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ± 0,2 мг.

Шкаф сушильный.

Колбы 2-(25, 50, 100, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1-25-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1-1-10-0,02 по ГОСТ 29251 или поверенные бюретки импортного производства, обеспечивающие точность измерения.

Пипетки 1-1-(1, 2, 5); 2-2- (5, 10, 25) по ГОСТ 29169.

Воронка ВД-1-100 ХС или ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336; кран смазывают смазкой, не содержащей хлорорганических соединений. Рекомендуется смазка типа ВНИИНП-279 по ГОСТ 14296.

Воронка ВФ-1—32-ПОР 100 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Натрий металлический по ГОСТ 3273.

Дифенил, ч. д. а.

Диметиловый эфир диэтиленгликоля или диметиловый эфир этиленгликоля, очищенные в соответствии с 7.9.3.

Бутанол-1 по ГОСТ 6006, ч. д. а.

Спирт метиловый по ГОСТ 6995, ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Бензол по ГОСТ 5955, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч. д. а., концентрированная.

Квасцы железоаммонийные, х. ч., раствор в азотной кислоте; готовят следующим образом: 12,05 г железоаммонийных квасцов растворяют в 10 см^3 воды, прибавляют 28,1 см^3 концентрированной азотной кислоты. Если раствор получается мутным, его фильтруют через бумажный фильтр, предварительно промытый 100 см^3 воды, и доводят объем раствора водой до 100 см^3.

Ртуть роданистая, получают по 7.9.3.3; насыщенный раствор в этиловом спирте; готовят следующим образом: 0,3 г роданистой ртути встряхивают со 100 см^3 этилового спирта до полного растворения, дают отстояться в течение суток и сливают прозрачный раствор. Полученный раствор хранят в темной стеклянной посуде с пришлифованной пробкой.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, х. ч.

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, предварительно высушенный в течение 3 ч при температуре 100 °С — 105 °С. Раствор, содержащий 0,03 мг хлор-ионов в 1 см^3, готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 0,06 г хлористого натрия (результат взвешивания в

граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деионизированная.

Азот газообразный по ГОСТ 9293 или другой инертный газ.

7.9.3 Подготовка к анализу

7.9.3.1 Очистка диметилового эфира диэтиленгликоля и диметилового эфира этиленгликоля

Диметиловый эфир диэтиленгликоля перегоняют с дефлегматором, собирая фракцию, отгоняемую при температуре 160 °С — 164 °С. В круглодонную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 600 см^3 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 фильтрующую воронку и переиспаряют. Окончательную очистку проводят дифенилом натрия. Для этого в токе азота добавляют около 15 г дифенила и 3 г измельченного металлического натрия или 10 см^3 готового реактива дифенила натрия, приготовленного в соответствии с 7.9.3.2. Раствор приобретает зеленую окраску. Выдерживают раствор 1—2 ч и переиспаряют, собирая фракцию, отгоняемую при температуре 161 °С — 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 переиспарить.

Очистку диметилового эфира этиленгликоля проводят аналогично, собирая фракцию, отгоняемую при температуре 83 °С — 85 °С. О степени очистки растворителя судят по оптической плотности контрольного опыта, проведенного, как указано в 7.9.4.4. Она должна быть не более 0,35.

7.9.3.2 Приготовление раствора дифенила натрия и установление его активности

В банки из темного стекла вместимостью 100 см^3, высушенные в сушильном шкафу в течение 2 ч при температуре 100 °С — 105 °С и продутые в течение 5 мин азотом, помещают по 50 см^3 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 см^3 раствора дифенила натрия сухой пипеткой помещают в сухую коническую колбу вместимостью 25 см^3 и титруют в токе азота из бюретки вместимостью 10 см^3 спирто-бензольным раствором до полного обесцвечивания смеси. Спирто-бензольный раствор с молярной концентрацией спирта 1 моль/дм^3 готовят путем разбавления 16 г метилового спирта или 37 г бутанола-1 до 500 см^3 бензолом.

Концентрацию активного натрия $c_{акт}$, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c_{акт} - \frac{V_1 c}{V_2}, \qquad (6)$$

где V_1 — объем спирто-бензольного раствора, израсходованного на титрование, см^3;

c — концентрация спирто-бензольного раствора, моль/дм^3;

V_2 — объем раствора дифенила натрия, взятый для титрования, см^3.

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.

7.9.3.3 Получение роданистой ртути

В воде растворяют 7 г азотнокислой ртути (II), в раствор для предупреждения гидролиза прибавляют 1—2 см^3 концентрированной азотной кислоты и 10 см^3 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 °С — 60 °С. Реактив хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой.

7.9.3.4 Построение градуировочного графика

В 4 мерные колбы вместимостью 25 см^3 каждая последовательно вносят 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 см^3 раствора хлористого натрия, добавляют 2 см^3 раствора железоаммонийных квасцов, 2 см^3 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 или спектрофотометре 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 по оси абсцисс массу хлор-иона в градуировочных растворах в миллиграммах, а по оси ординат — разность между оптическими плотностями приготовленных растворов и холостого опыта.

7.9.4 Проведение анализа

7.9.4.1 Приготовление рабочего раствора

В сухую, продутую азотом делительную воронку вносят 10 см^3 этилбензола с массовой долей хлора около 0,0010 % или 30 см^3 этилбензола с массовой долей хлора около 0,0005 %, продувают азотом и добавляют 5 см^3 раствора дифенила натрия. Воронку закрывают пришлифованной 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 см^3 бутанола-1, встряхивая смесь до ее обесцвечивания и растворения частичек натрия. Образовавшийся хлорид натрия экстрагируют, добавляя в делительную воронку 30 см^3 воды, подкисленной 1 см^3 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 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Затем в мерную колбу помещают 20 см^3 водного экстракта, 2 см^3 раствора железоаммонийных квасцов, 2 см^3 раствора роданистой ртути, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

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

7.9.4.2 Приготовление контрольного раствора

В сухую, продутую азотом делительную воронку помещают 5 см^3 дифенила натрия и 2 см^3 бутанола-1, встряхивают до обесцвечивания, добавляют 20 см^3 этилбензола, свободного от хлора, и 30 см^3 воды, подкисленной 1 см^3 концентрированной азотной кислоты. Раствор энергично перемешивают. Контрольный раствор готовят для каждой новой партии дифенила натрия.

7.9.4.3 Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 20 см^3 водного экстракта, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

7.9.4.4 На фотоэлектроколориметре или спектрофотометре 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 в рабочем и контрольном растворах находят по градуировочному графику массу хлор-иона в миллиграммах в 20 см^3 анализируемого водного экстракта.

7.9.4.5 Обработка результатов

Массовую долю хлора X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m\,50 \cdot 100}{1000 \cdot 20\,V\,\rho} = \frac{m}{4\,V\,\rho}, \qquad (7)$$

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

50 — объем полученного водного экстракта, см^3;

20 — объем водного экстракта, взятый для колориметрирования, см^3;

V — объем пробы, взятый на реакцию с дифенилом натрия, см^3;

ρ — плотность этилбензола, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,00015 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.9.5 При разногласиях в оценке массовой доли хлора определение проводят по методу А.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Технический этилбензол заливают и транспортируют в железнодорожных цистернах в соответствии с правилами перевозок жидких грузов наливом в вагонах-цистернах [2].

В соответствии с правилами [3], (приложение 2) технический этилбензол относится к классу 3, классификационный шифр — 3012, классификационный код — F1, номер аварийной карточки — 314, номер ООН — 1175.

8.2 Технический этилбензол хранят в стальных резервуарах вдали от нагрева и источников возгорания.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие технического этилбензола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения технического этилбензола — 1 год со дня изготовления.

Приложение А
(справочное)

Перечень нормативных документов, действующих в Российской Федерации

1 Гигиенические нормативы ГН 2.2.5.1313—03	Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
2 Санитарные правила и нормы СанПиН 2.1.7.1322-03	Гигиенические требования к размещению и обезвреживанию отходов производства и потребления
3 Гигиенические нормативы ГН 2.1.5.2280—07	Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования. Дополнения и изменения 1 к ГН 2.1.5.1315—03
4 Нормативы качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативы предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектов рыбохозяйственного значения. Утв. Приказом Росрыболовства от 18 января 2010 г. № 20	
5 Гигиенические нормативы ГН 2.1.6.1338—03	Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест

Библиография

[1] ASTM D 4052—11 Standard Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter

[2] Правила перевозки жидких грузов наливом в вагонах-цистернах и вагонах бункерного типа для перевозки нефтебитума. Утв. Советом по железнодорожному транспорту государств — участников Содружества, Протокол от 21—22 мая 2009 г. № 50

[3] Правила перевозки опасных грузов по железным дорогам. Утв. Советом по железнодорожному транспорту государств — участников Содружества, Протокол от 5 апреля 1996 г. № 15 с изменениями и дополнениями от 23 ноября 2007 г., 30 мая 2008 г., 22 мая 2009 г.; в ред. протоколов от 14 мая 2010 г., от 21 октября 2010 г.

УДК 661.7:547.543.1:006.354 МКС 71.080.15

Ключевые слова: технический этилбензол, технические требования, применение, безопасность, упаковка, маркировка, транспортирование, хранение

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 01.11.2019. Подписано в печать 11.11.2019 Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,23.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва. Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru