

# Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л21

Изменение № 1 ГОСТ 10003—90 Стирол. Технические условия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26.04.95)

Дата введения 1996—01—01

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Украина	Госстандарт Украины
Российская Федерация	Госстандарт России

Вводная часть. Последний абзац изложить в новой редакции:

«Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 104,15».

Пункт 1.2.2. Таблица 1. Показатель 4. Заменить значения: 0,001 на 0,006; 0,002 на 0,006;

показатель 6. Заменить значения: 0,001 на 0,006; 0,002 на 0,006;

примечание 3 изложить в новой редакции: «3. Показатели 4 и 6 являются факультативными до 01.07.98, определение их обязательно».

Пункт 1.4.1. Первый абзац. Заменить слова: «Бойтся нагрева» на «Беречь от нагрева».

Пункт 3.2.2. Второй абзац. Заменить слово: «весовым» на «гравиметрическим».

Пункт 3.2.2.2. Седьмой абзац. Заменить значение: 1(3) — 100 на 1(3)—100—2;

двенадцатый абзац изложить в новой редакции: «Хлороформ по ГОСТ 20015 или этилбензол технический по ГОСТ 9385».

Пункты 3.3—3.3.3.3 изложить в новой редакции:

«3.3. Определение массовой доли стирола и органических примесей (фенилацетилена, метилэтилакролина, дивинилбензола, ацетофенона)

Определение основано на разделении компонентов методом газожидкостной хроматографии на диатомитовом носителе с нанесенным на него полиэтиленгликолем 20000 и регистрации выходящих компонентов пламенно-ионизационным детектором. Массовую долю стирола и органических примесей определяют методом «внутреннего эталона».

3.3.1. *Аппаратура, посуда и реактивы*

Хроматограф газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором. При использовании в качестве твердого носителя цветохрома ИК и хроматона N-AW входное давление на хроматографе должно быть не менее 5 атм.

(Продолжение см. с.38)

Колонка газохроматографическая длиной 3 м, внутренним диаметром 3 мм (допускается применение колонок диаметром 2 мм после воспроизведения хроматограммы стандартного образца стирола).

Набор сит «Физприбор» или сита аналогичного типа.

Весы лабораторные общего назначения 2-го и 3-го классов точности по ГОСТ 24104 с наибольшими пределами взвешивания 200 и 1000 г соответственно.

Термометр лабораторный.

Баня водяная.

Вибратор.

Насос вакуумный или водоструйный.

Микрошприц типа МШ-10.

Лупа измерительная с ценой деления не более 0,1 мм.

Линейка измерительная с ценой деления не более 1 мм.

Колба К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Пенициллиновый флакон вместимостью 10—25 см<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Носитель твердый — диатомитовый носитель (цветохром ИК, хроматон N-AW, инертон, хезасорб АW, динохром Н).

Фаза жидкая — полиэтиленгликоль с молекулярной массой 20000 (ПЭГ 20М, карбовакс 20М).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Эталон внутренний — толуол для хроматографии х. ч., н-гексан для хроматографии х. ч., н-ундекан для хроматографии х. ч.

Стандартный образец стирола марки СДЭБ с массовой долей основного вещества и органических примесей близкой к нормируемым настоящим стандартом значениям или искусственные смеси с массовой долей дивинилбензола 0,0005 % (приложение А).

Стандартный образец стирола марки СДМФК с массовой долей основного вещества и органических примесей близкой к нормируемым настоящим стандартом значениям или искусственные смеси с массовой долей ацетофенона 0,001 % (приложение А).

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Водород по ГОСТ 3022 марки А и Б высшего сорта.

Газ-носитель — азот газообразный по ГОСТ 9293 высшего сорта (или аргон по ГОСТ 10157, или гелий газообразный высшего сорта).

### 3.3.2. Подготовка к анализу

Твердый носитель рассеивают на ситах, отбирают любую узкую фракцию в пределах 0,125 — 0,315 мм и взвешивают. При использовании цветохрома ИК ДМДХС рекомендуется предварительное прокалывание его при температуре 900 °С в течение 5 ч. Навеску жидкой фазы (5 % от массы цветохрома или 10 — 15 % от массы другого твердого носителя) растворяют в водно-спиртовом растворе (1:3) в круглодонной колбе. Навеску гидроокиси натрия (1 — 2 % от массы твердого носителя) растворяют в 3 — 4 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, переносят в эту же колбу и перемешивают. В полученный раствор добавляют твердый носитель. Содержимое колбы

(Продолжение см. с. 39)

перемешивают встряхиванием и выдерживают в течение 1 ч, повторяя перемешивание через каждые 15—20 мин. После этого колбу закрывают пробкой с двумя стеклянными трубками, по одной из которых подают инертный газ для продувки, и отгоняют растворитель на водяной бане при температуре 70—90 °С. Содержимое колбы на стадии испарения растворителя периодически перемешивают встряхиванием и продолжают отгонять растворитель до сыпучего состояния неподвижной фазы.

Полученной неподвижной фазой заполняют хроматографические колонки по инструкции, прилагаемой к прибору. Плотность набивки хроматографической колонки диаметром 3 мм должна быть не менее 7,5 — 8,0 см<sup>3</sup>/м. Колонку, заполненную неподвижной фазой, помещают в термостат прибора и продувают газом-носителем (объемный расход — 20—30 см<sup>3</sup>/мин) в течение не менее 24 ч, повышая температуру ступенчато на 10 °С в час, начиная от 60 до 140 °С. После кондиционирования устанавливают рабочую температуру термостата, указанную в п. 3.3.3.1. При этих условиях при выбранной максимальной чувствительности дрейф нулевой линии не должен превышать 5 см/ч, а шумы не должны превышать 1 мм. Высота пика дивинилбензола (ацетофенона для стирола СДМФК) при анализе стандартного образца стирола или искусственной смеси, содержащей 0,0005 % дивинилбензола (0,001 % ацетофенона), должна быть не менее 1 мм на каждые 0,0001 % массовых примеси дивинилбензола или 0,5 мм на каждые 0,0001 % массовых ацетофенона.

### 3.3.3. Определение массовой доли стирола и органических примесей

#### 3.3.3.1. Условия проведения анализа

Температура термостата колонки	110—125 °С
Температура испарителя	170—200 °С
Объемный расход газа-носителя	20—50 см <sup>3</sup> /мин
Объем пробы	0,8—1,2 мм <sup>3</sup>
Скорость движения диаграммы	200—900 мм/ч

(скорость диаграммы допускается снижать во время выхода пика стирола с последующим учетом соотношения скоростей при обсчете хроматограмм).

Расход водорода и воздуха подбирают согласно инструкции по эксплуатации хроматографа.

Расход газа-носителя при использовании в качестве твердого носителя цветохрома ИК и хроматона N-AW рекомендуется устанавливать на нижнем пределе (для азота и аргона), при использовании в качестве твердого носителя хезасорба AW и динохрома Н — на верхнем пределе.

#### 3.3.3.2. Проведение анализа

Массовую долю каждого из компонентов органических примесей в стироле определяют методом внутреннего эталона, в качестве которого используют толуол, н-декан, н-ундекан.

8 — 10 см<sup>3</sup> пробы стирола взвешивают в склянке. Результат взвешивания записывают с точностью до 0,0001 г. Туда же микрошприцем вводят 8 — 10 мм<sup>3</sup> внутреннего эталона через резиновую пробку таким образом, чтобы конец иглы был погружен в продукт.

Массу внутреннего эталона ( $m_{\text{эт}}$ ) в граммах вычисляют по формуле

$$m_{\text{эт}} = \frac{V \cdot \rho}{1000}.$$

где  $V$  — объем введенного внутреннего эталона, мм<sup>3</sup>;

$\rho$  — плотность внутреннего эталона, г/см<sup>3</sup>;

Допускается вводить внутренний эталон гравиметрическим методом, но при этом игла шприца не должна касаться продукта.

Содержимое склянки тщательно перемешивают и микрошприцем, предварительно промытым 3—4 раза анализируемым продуктом, отбирают 0,8—1,2 мм<sup>3</sup> анализируемой пробы, вводят ее в испаритель хроматографа и анализируют при условиях, указанных в п. 3.3.3.1.

Предел измерения выбирают таким образом, чтобы высота пика внутреннего эталона составляла не менее  $\frac{1}{3}$  ширины диаграммы. После выхода пика внутреннего эталона предел измерения следует выбирать последовательно так, чтобы пики укладывались по ширине диаграммной ленты. На черт. 2 и 3 представлены хроматограммы образцов стирола марки СДЭБ и СДМФК с массовыми долями примесей, близкими к норме.

Относительное удерживание компонентов приведено в приложении 1.

### 3.3.3.3. Обработка результатов

Площадь пиков вычисляют, умножая высоту пика на ширину, измеренную на половине высоты. Высоту пика измеряют линейкой от вершины до основания, включая толщину линий, с точностью до 0,5 мм.

Ширину пика измеряют лупой от внешнего контура линии одной стороны до внутреннего контура линии другой стороны с точностью до 0,05 мм.

Массовую долю каждой органической примеси в стироле ( $X_i$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $S_i$  — площадь пика определяемой органической примеси, мм<sup>2</sup>;

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

$S_{\text{эт}}$  — площадь пика внутреннего эталона, мм<sup>2</sup>;

$m$  — масса пробы стирола, г.

Результаты вычислений записывают до четвертого десятичного знака.

Массовую долю стирола ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

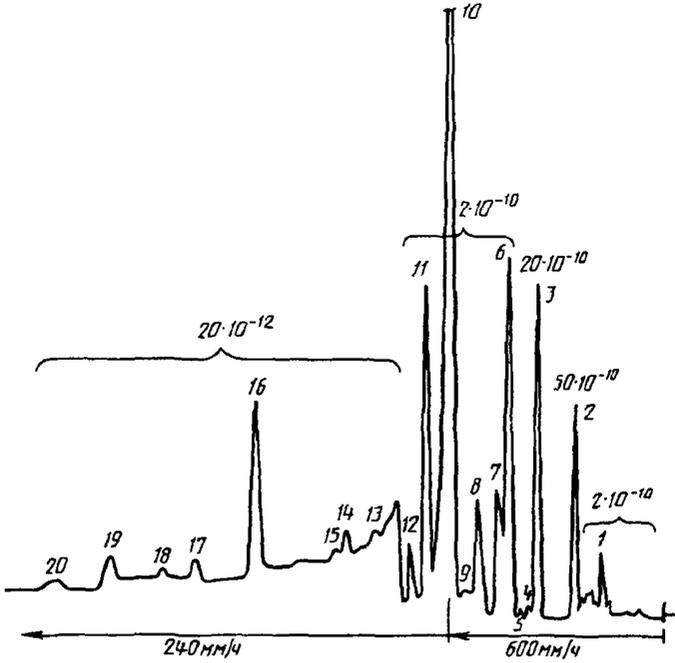
где  $\Sigma X_i$  — сумма массовых долей всех органических примесей, зафиксированных на хроматограмме, %.

Результаты анализов по содержанию метилэпиакролеина, ацетофенона округляют до третьего десятичного знака, дивинилбензола — до четвертого десятичного знака.

Результат анализа основного компонента округляют до 0,01 %.

(Продолжение см. с. 41)

Образец хроматограммы товарного стирола марки СДЭБ

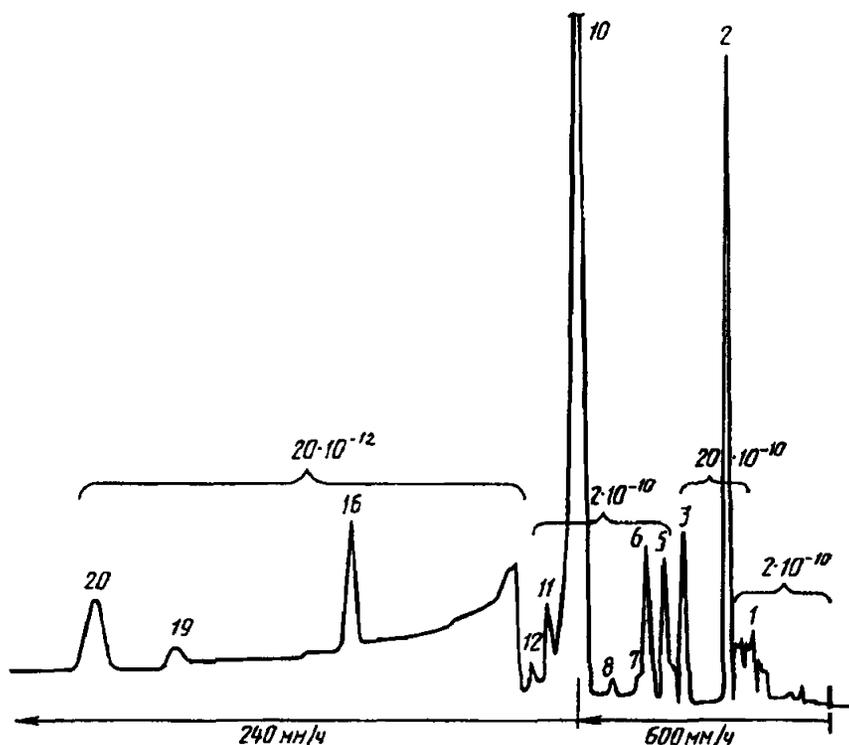


Черт. 2\*

\* Условия анализа и обозначение компонентов приведены в приложении Б

(Продолжение см. с. 42)

Образец хроматограммы товарного стирола марки СДМФК



Черт. 3\*

\* Условия анализа и обозначение компонентов приведены в приложении Б

За результат анализа принимают результат единичного определения.

Метрологические характеристики при доверительной вероятности  $P=0,95$  указаны в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Массовая доля определяемого компонента, %	Допустимое абсолютное расхождение между результатами, воспроизводимость, %	Абсолютная суммарная погрешность измерения, %
99,80	0,05	0,03
99,60	0,05	0,04
0,020	0,005	0,003
0,010	0,003	0,002
0,006	0,002	0,001
0,0020	0,0006	0,0005
0,0010	0,0003	0,0003
0,0005	0,0003	0,0003

(Продолжение см. с. 43)

Пункты 3.3.4 — 3.3.4.4 исключить.

Пункт 3.4. Заменить слово: «щелочи» на «гидроокиси натрия».

Пункт 3.4.1. Второй абзац. Заменить обозначение: 1(3)—25,50 на 1(3)—25(50)—

2;

третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«Пипетка градуированная вместимостью 1 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29228 и пипетки вместимостью 25 и 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169.

Бюретка вместимостью 5 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29252 или ГОСТ 29253»;

восьмой абзац. Исключить слова: «сорт высший»;

двенадцатый абзац изложить в новой редакции:

«Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы концентрации  $c(\text{NaOH})=0,05$  и 0,2 моль/дм<sup>3</sup>. Готовят по ГОСТ 25794.1 раствор концентрации  $c(\text{NaOH})=0,5$  моль/дм<sup>3</sup>. Проверяют его точную концентрацию титрованием 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации  $c(\text{HCl})=0,5$  моль/дм<sup>3</sup>. приготовленного и проверенного по ГОСТ 25794.1. в присутствии 3—4 капель тимолового синего до изменения окраски раствора из розового в желтый. Соответствующим разбавлением готовят растворы с концентрацией  $c(\text{NaOH})=0,05$  и 0,2 моль/дм<sup>3</sup>.

Пункт 3.4.3. Второй абзац изложить в новой редакции: «Результаты отдельных определений записывают до третьего десятичного знака:

третий абзац. Заменить слова: «(при  $P=0,95$ )» на «(при доверительной вероятности  $P=0,95$ )»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Результат анализа округляют до второго десятичного знака».

Пункт 3.5.1. Второй абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 12083;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Пипетки градуированные вместимостью 1, 2 и 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29228 или ГОСТ 29229»;

десятый абзац. Исключить слово: «технический».

Пункт 3.5.2.1. Заменить единицу физической величины: мг/м<sup>3</sup> на мг/см<sup>3</sup>.

Пункт 3.5.4. Первый абзац. Формула. Экспликация. Заменить слово: «графику» на «градуировочному графику».

Пункт 3.6.1. Второй абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 12083;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29228 или ГОСТ 29229»;

восьмой абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 5072;

девятый абзац. Заменить слова: «ч. д. а» на «очищенный».

Пункт 3.6.4. Предпоследний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.8.1. Первый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 12083;

третий абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 5072;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Пипетка вместимостью 20 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169 и пипетки градуированные вместимостью 1, 5 и 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29228 или ГОСТ 29229»;

седьмой абзац. Заменить обозначение: 1—50 на 1—50—2.

Приложение исключить.

Стандарт дополнить приложениями — А, Б

«ПРИЛОЖЕНИЕ А  
Справочное

## Стандартные образцы стирола марки СДЭБ, СДМФК и аттестованные смеси дивинилбензола, ацетофенона (выпускаются в АО НПП «Ярсинтез»)

Для приготовления искусственных смесей, содержащих 0.0005 % дивинилбензола или 0,001 % ацетофенона, используют 45—55 % раствор дивинилбензола в этилстироле (концентрация должна быть определена с погрешностью не более  $\pm 5$  %) или чистый ацетофенон ( $95 \pm 5$  %). Искусственные смеси могут быть приготовлены из аттестованных смесей дивинилбензола и ацетофенона методом разбавления.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б  
Справочное

Относительное удерживание компонентов на неподвижной фазе 5 % ПЭГ 20М +1 % NaOH от массы цветохрома ИК (I) и 15 % ПЭГ 20М на хезасорбе АW (II) при температуре колонки 120 °С (погрешность определения не превышает 5—10 % относительных)

№	Компонент	Относительное удерживание	
		I	II
1	Нафгены	0.37—0,57	—
2	Толуол	0,63	0,61
3	Этилбензол	1,00	1,00
4	m-,n-Ксилолы	1.08	1,07
5	Метилэтилакролеин	1,13	1,14
6	Изопропилбензол	1.27	1,28
7	o-Ксилол	1.36	1.36
8	Пропилбензол	1.55	1,53
9	Этилтолуол	1.64	1.70
10	Стирол	2,0	—
11	Изопропенилбензол	2,7	2,6
12	Фенилацетилен	3,0	2,9
13	Пропенилбензол	3,9	—
14	m-Этилвинилбензол	4,6	—
15	o-, n-Этилвинилбензол	4,8	—
16	Бензальдегид	6,8	6,75
17	m-Дивинилбензол	8,3	8,0
18	o-, n-Дивинилбензол	9,0	—
19	Окись стирола	10,4	—
20	Ацетофенон	12,1	10,4
21	Метилфенилкарбинол	24,9	—

(ИУС № 12 1995 г.)