ОКП 02 5113 0200

УДК 686.521.2.0[illegible](083.74)
Группа Б41

Зарегистрировано в БашЦСМ
за № 056/003056
от 26.05.92 г.

СОГЛАСОВАНО

ВНИИЭМИ,
письмо № 40-05-2/4574
от 17.03.92 г.

Концерн "Роснефтепродукт",
письмо № 15-3/6-48
от 19.02.92 г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор НИИНефтехим, д.т.н.
Р.М.Масагутов
22 апреля 1992 г.

БЕНЗИН-РАСТВОРИТЕЛЬ ДЛЯ РЕЗИНОВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Технические условия

ТУ 38.401-67-108-92

Взамен ГОСТ 443-76

Дата введения 01.07.92 г.

СОГЛАСОВАНО

Техническая инспекция труда
ЦК Росхимпрофсоюза по БССР
Н.Р.Валитов
"21" апреля 1992 г.

Зам. директора НИИНефтехим
по научной работе, д.т.н.
Ю.В.Чуркин
16 января 1992 г.

Рязанский НПЗ,
письмо № 15-850
от 10.02.92 г.

Продолжение на следующем листе

Инв. № подл. | Подпись и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подпись и дата

Продолжение титульного листа

Технические условия
ТУ 38.401-67-108-92

Минздрав БССР.
Уфимский городской
центр санэпиднадзора,
заключение № Т-199
от 26.02.92 г.

ПО "Новополоцкнефтеоргсинтез"
письмо № 017/14-949
от 17.02.92 г.

ПО "Горькнефтеоргсинтез"
телетайпограмма № 151313/1
от 26.02.92 г.

ПО "Ярославнефтеоргсинтез"
письмо № 22/7-1166
от 27.03.92 г.

Настоящие технические условия не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы или распространены без разрешения НИИНефтехим.

Адрес разработчика и хранителя оригинала: 450075, г.Уфа, проспект Октября, 141, Научно-исследовательский институт нефтехимических производств (НИИНефтехим).

Учтенный экземпляр
№ 372

1992

Подпись и дата | Инв. № дубл. | Взам. инв. № | Подпись и дата | Инв. № подл.

Настоящие технические условия распространяются на бензин-растворитель, представляющий собой легкокипящую фракцию деароматизированного бензина каталитического риформинга и применяемый в резиновой промышленности.

Обозначение по ГОСТ 26377: нефрас-С2-80/120.

Требования настоящих технических условий являются обязательными.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Бензин-растворитель для резиновой промышленности должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящих технических условий по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

I.2. Характеристики

По физико-химическим показателям бензин-растворитель должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл.I.

Таблица I

Наименование показателя	Норма		Метод испытания
	высший сорт	первый сорт	
	ОКП 02 5113 0203	ОКП 02 5113 0202	
I. Плотность при 20°С, г/см³, не более	0,700	0,730	По ГОСТ 3900

Продолжение табл. I

Наименование показателя	Норма		Метод испытания
	высший сорт	первый сорт	
	ОКП 02 5113 0203	ОКП 02 5113 0202	
2.Фракционный состав:			По ГОСТ 2177
температура начала кипения, °С, не ниже	80	80	
93% перегоняется при температуре, °С, не выше	-	110	
98% перегоняется при температуре, °С, не выше	110	120	
остаток в колбе после перегонки, %, не более	1,0	1,5	
3.Бромное число, г брома на 100 см³ бензина-растворителя, не более	0,08	0,09	По п.3.2
4.Массовая доля ароматических углеводородов, %, не более	1,5	2,5	По п.3.3 или по ГОСТ 12329
5. Испытание на образование масляного пятна	Выдерживает	Выдерживает	По п.3.4
6.Массовая доля серы, %, не более	0,001	0,001	По ГОСТ 13380
7.Содержание водорастворимых кислот и щелочей	Отсутствие	Отсутствие	По ГОСТ 6307
8.Содержание механических примесей и воды	Отсутствие	Отсутствие	По п.3.5
9.Содержание тетраэтилсвинца	Отсутствие	Отсутствие	По ГОСТ 7978

Примечания:

1. При разногласиях в оценке качества массовую долю ароматических углеводородов определяют по п.3.3 настоящих технических условий.

Подпись и дата | Инв. № дубл. | Взам. инв. № | Подпись и дата | Инв. № подл.

2. Для ПО "Ярославнефтеоргсинтез", использующего головную фракцию (н.к.-80°С) рафината риформинга в качестве высокооктановой добавки при выработке неэтилированного автомобильного бензина, норма по бромному числу в бензине-растворителе для резиновой промышленности не более 0,25 г брома/100 см^3 продукта.

1.3. Требования безопасности

1.3.1. Бензин-растворитель для резиновой промышленности представляет собой смесь парафиновых и нафтеновых углеводородов. Действует на организм наркотически. Пути проникновения в организм - ингаляционный и через кожу. При длительном контакте с кожей вызывает сухость, трещины, может приводить к дерматитам и экземам. Слизистые оболочки раздражает слабо.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров бензина-растворителя в воздухе рабочей зоны 100 мг/м^3 (ГОСТ 12.1.005), класс опасности - 4 (вещества малоопасные) по ГОСТ 12.1.007.

1.3.2. При работе с бензином-растворителем следует применять индивидуальные средства защиты согласно типовым отраслевым нормам выдачи бесплатной спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений: костюм, ботинки кожаные, рукавицы, очки защитные типа ЗН.

Средства защиты органов дыхания в случаях превышения ПДК: фильтрующий противогаз ФГ-130А или ФГП-130 БКФ по ГОСТ 12.4.121, респиратор ФГП-310 РУ-60мА или ФГП-310 РУ-60муА по ГОСТ 17269.

Для защиты кожи рук рекомендуется применение "биологических перчаток" (защитные пасты, крем). Рецептура защитных паст представлена в приложении.

При попадании бензина-растворителя на кожу его необходимо смыть теплой водой с мылом. При признаках отравления (головокружение, утомляемость) пострадавшего необходимо вывести из рабочей зоны и направить для оказания медицинской помощи.

I.3.3.Бензин-растворитель относится к легковоспламеняющимся жидкостям по ГОСТ I2.I.044. Показатели его пожаровзрывоопасности следующие: температура вспышки - минус I7°С, температура самовоспламенения 270°С; концентрационные пределы распространения пламени: нижний - I,I % об., верхний - 5,4 % об.

I.3.4.При отборе проб, выполнении анализов, а также при товарно-транспортных и производственных операциях с бензином-растворителем должны соблюдаться следующие правила техники безопасности.

Помещения, в которых ведутся работы с указанным растворителем должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

Места наибольшего выделения паров углеводородов должны быть снабжены местной вытяжной вентиляцией, чтобы обеспечить содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не выше предельно допустимой концентрации.

В помещении для хранения и использования бензина-растворителя запрещается обращение с открытым огнем. Искусственное освещение должно быть изготовлено во взрывобезопасном исполнении.

Для вскрытия тары не допускается использовать инструменты, дающие при ударе искру.

Запрещается сливать и перекачивать бензин-растворитель с помощью сжатого воздуха во избежание образования взрывоопас -

ных смесей паров.

При разливе бензина-растворителя в помещениях его необходимо собрать в отдельную тару, место разлива подтереть тряпкой; при разливе на открытой площадке место разлива засыпать песком с последующим его удалением. При этом следует использовать средства индивидуальной защиты органов дыхания.

В случае загорания применимы все средства пожаротушения: химическая и воздушно-механическая пена, инертные газы, водяной пар, войлок, асбестовое полотно.

I.3.5.Электростатическая искробезопасность бензина-растворителя для резиновой промышленности по ГОСТ I2.I.0I8.

Для защиты от действия статического электричества необходимо предусмотреть отвод зарядов путем заземления оборудования и коммуникаций.

I.3.6.Для работающих с растворителем необходимо проводить предварительные и периодические медосмотры в порядке, установленном Минздравом.

I.4. Требования охраны природы

I.4.I.Мероприятия по охране природы и рациональному использованию природных ресурсов заключаются в снижении потерь бензина-растворителя при его производстве, хранении и транспортировании.

Эффективными мерами защиты природной среды являются герметизация оборудования и коммуникаций, устранение утечек и предотвращение разливов.

I.4.2.Попадание бензина-растворителя в питьевую воду недопустимо.

Пары бензина-растворителя в воздушной среде, а также жидкий растворитель в сточных водах в присутствии других веществ не образуют специфических токсичных продуктов.

I.4.3.Контроль за содержанием паров бензина-растворителя в воздухе осуществляется газохроматографическим методом, описанным в сб."Методические указания по измерению концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны", I986, М., ВЦСПС-ВЦИИОТ, выпуск 9, с.29-33, либо по иной методике, утвержденной Минздравом СССР.

I.5. Маркировка

I.5.I.Маркировка бензина-растворителя - по ГОСТ I5I0.

I.5.2.При маркировке на транспортную тару дополнительно наносят знак опасности по ГОСТ I9433, класса 3, классификационный шифр 33I2; серийный номер ООН I27I.

I.6. Упаковка

Упаковка продукта - по ГОСТ I5I0.

2. ПРИЕМКА

2.I.Приемка бензина-растворителя производится партиями. Партией считается любое количество растворителя из товарных резервуаров, на которое выдан единый документ о качестве (паспорт).

Документ о качестве должен содержать следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта и его сорт;

массу нетто;

номер партии;

дату изготовления;

обозначение настоящих технических условий;

результаты проведенных испытаний или подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящих технических условий.

2.2.Объем выборки – по ГОСТ 2517.

2.3.При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному показателю проводят повторное испытание пробы от той же выборки. Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

2.4.Отсутствие тетраэтилсвинца в бензине-растворителе изготовитель гарантирует и не определяет.

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1.Отбор проб производится по ГОСТ 2517.

Объем объединенной пробы 2 $дм^3$.

3.2.Определение бромного числа

3.2.1.Аппаратура, реактивы и растворы

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

Колбы типа Кн вместимостью 100, 250 и 500 $см^3$ любого исполнения по ГОСТ 25336 с пришлифованной стеклянной пробкой.

Стаканчики для взвешивания типа СВ или СН по ГОСТ 25336.

Пипетки 4(5)-2-1, 4(5)-2-2, 6(7)-2-5(10), 2-2-25 по ГОСТ 20292.

Бюретки 6-2-5, 7-2-10, 1(2,3)-2 (1)-50-0,1 по ГОСТ 20292.

Чашка выпаривательная 5 по ГОСТ 9147.

Воронка ВФ исполнения I или 2 с фильтром ФКП класса ПОР I6ХС по ГОСТ 25336.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч. или ч.д.а., разбавленная I:5, либо по ГОСТ I4262 марок ос.ч.5-5 или ос.ч.II-5.

Калий бромистый по ГОСТ 4I60, ч.д.а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч. или ч.д.а., 25%-ный раствор.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457, х.ч. или ч.д.а.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220 с массовой долей основного вещества (I00±0,2)% или дважды перекристаллизованный из воды.

Для этого I00 г соли растворяют в I50 см^3 кипящей воды и при энергичном перемешивании выливают раствор тонкой струйкой в фарфоровую чашку. По мере охлаждения кристаллы отфильтровывают на воронке с пористой стеклянной пластинкой, сушат 2-3 ч при температуре I00-I05°С, измельчают и высушивают окончательно при I50-200°С в течение I0-I2 ч до постоянной массы.

Раствор бромид-бромата калия 0,I моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.2 или из фиксанала.

Раствор бромид-бромата калия 0,0I моль/дм^3 готовят разбавлением его 0,I моль/дм^3 раствора.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) по ГОСТ 27068, ч.д.а., или фиксанал.

Раствор серноватистокислого натрия 0,I моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.2 или из фиксанала.

Раствор серноватистокислого натрия 0,0I моль/дм^3 получают разбавлением его 0,I моль/дм^3 раствора.

Вода дистиллированная с pH 5,4–6,6.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1%-ный раствор готовят по ГОСТ 4517.

Секундомер механический.

Груша резиновая.

Разрешается применение импортной лабораторной посуды, аппаратуры и оборудования по классу точности и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3.2.2.Подготовка к анализу

Определение точной концентрации раствора серноватистокислого натрия 0,1 моль/дм^3 по двухромовокислому калию.

0,15–0,20 г двухромовокислого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3 с притертой пробкой, растворяют в 50 см^3 воды, к раствору прибавляют 10 см^3 раствора йодистокислого калия, 20 см^3 раствора серной кислоты, сразу закрывают колбу пробкой, смоченной раствором йодистого калия, перемешивают и выдерживают в темноте в течение 10 мин, после чего пробку и стенки колбы обмывают водой, добавляют 200 см^3 воды и выделившийся йод титруют раствором серноватистокислого натрия 0,1 моль/дм^3 до перехода окраски раствора в желтую, затем прибавляют 2 см^3 раствора крахмала и продолжают титровать при тщательном перемешивании до перехода синей окраски раствора в светлозеленую.

Параллельно проводят контрольное титрование, для чего к 25 см^3 воды прибавляют все те же реактивы, добавляют 200 см^3 воды, прибавляют 1,5–2,0 см^3 раствора крахмала и титруют раствором серноватистокислого натрия 0,1 моль/дм^3 как описано выше.

Коэффициент поправки (К) раствора рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{m}{(V - V_1) \cdot 0{,}0049032},$$

где m – масса двухромовокислого калия, г;

V – объем раствора серноватистокислого натрия 0,I моль/дм^3, израсходованного на титрование двухромовокислого калия, см^3;

V_1 – объем раствора серноватистокислого натрия 0,I моль/дм^3, израсходованного на титрование в контрольном опыте, см^3;

0,0049032 – масса двухромовокислого калия, соответствующая I см^3 раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,I моль/дм^3, г.

3.2.3. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью I00 см^3 с притертой пробкой наливают I0 см^3 раствора серной кислоты (I:5), 5 см^3 испытуемого продукта и такое количество раствора бромида-бромата калия, чтобы на избыточное количество брома было израсходовано при титровании 2-3 см^3 раствора серноватистокислого натрия 0,0I моль/дм^3. Избыток раствора бромида-бромата калия устанавливают в отдельной пробе продукта.

Колбу с содержимом закрывают стеклянной пробкой. Для защиты от действия дневного света обертывают ее темной тканью или черной бумагой, тщательно взбалтывают в течение I0 мин и выдерживают минуту. Верхний углеводородный слой окрашивается в желтый цвет. К содержимому колбы приливают 2 см^3 25%-ного раствора йодистого калия и энергично встряхивают, при этом

желтая окраска углеводородного слоя переходит в красно-фиолетовую. Выделившийся йод в количестве, эквивалентном избыточному брому, оттитровывают в присутствии I $см^3$ крахмала раствором серноватистокислого натрия 0,0I моль/$дм^3$ до обесцвечивания смеси. Параллельно проводят контрольный опыт, для чего в колбу вводят те же количества реактивов, что и в пробу, но вместо пробы берут 5 $см^3$ воды.

3.2.4.Обработка результатов

Бромное число - массу брома (X_I) в граммах, расходуемого на I00 $см^3$ продукта, - вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 0{,}0008 \cdot 100}{5},$$

где V_1 - объем раствора серноватистокислого натрия 0,0I моль/$дм^3$, израсходованного на титрование в контрольном опыте, $см^3$;

V_2 - объем раствора серноватистокислого натрия 0,0I моль/$дм^3$, израсходованного на титрование пробы, $см^3$;

K - коэффициент поправки раствора серноватистокислого натрия 0,0I моль/$дм^3$;

0,0008 - масса брома, соответствующая I $см^3$ раствора бромид-бромата калия концентрации точно 0,0I моль/$дм^3$, г;

5 - объем продукта, взятого для испытания, $см^3$.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать I0 % относительных от среднего значения.

Результаты определений рассчитывают до третьего, а результат испытания - до второго десятичного знака.

3.3. Определение массовой доли ароматических углеводородов

Метод анализа заключается в газохроматографическом разделении бензина-растворителя в колонке с сильно полярной жидкой фазой и расчете массовой доли ароматических углеводородов по "внутреннему стандарту".

Метод позволяет определять бензол, толуол, ароматические углеводороды C_8 и C_9 при суммарной их концентрации выше I%.

Метод соответствует стандарту США ASTM D 2267-88.

3.3.I. Аппаратура, посуда, реактивы

Газовый хроматограф любой конструкции с детектором по теплопроводности (ДТ) или пламенно-ионизационным детектором (ПИД) с чувствительностью, позволяющей обнаружить примесь 0,I % об. ароматического углеводорода в виде пика высотой не менее 2 мм.

Узел дозирования должен обеспечивать введение жидких проб одинакового объема.

Колонка хроматографическая в виде металлической трубки из меди, алюминия или нержавеющей стали с насадкой или в виде стального капилляра, смоченного сильно полярной жидкой фазой.

Самописец потенциометра должен иметь шкалу на I0 мВ или менее. Время пробега шкалы самописца не должно превышать 2 с.

Скорость движения диаграммной ленты должна быть по крайней мере I500 мм/ч, чтобы уменьшить ошибку при измерении площади пиков методом треугольника, взвешиванием или с использованием планиметра. В случае применения механического или элек-

тронного интеграторов скорость движения диаграммной ленты может быть иной.

Жидкие фазы: диэтиленгликольсукцинат (DEGS), полиэтиленгликоль (PEG), тетрацианэтиловый эфир пентаэритрита (TCEPE), I,2,3-трис-(2-цианэтокси)пропан (TCEP) или аналогичного типа.

Примечания:

I.Наряду с фазой I,2,3-трис-(2-цианэтокси)пропан может быть использован I,2,3-трис-(2-цианэтокси)неопентан.

2.Из полиэтиленгликолей целесообразно применять более термически устойчивые модификации с высокой молекулярной массой.

Твердый носитель - диатомитовые материалы любых марок, обработанные концентрированной соляной кислотой, а затем дезактивированные силилпроизводными (типа хромосорба P или W , хроматона N-AW-HMDS, целита, динохрома H, сферохрома-2); фракция 0,I8-0,25 мм.

Растворитель для нанесения жидкой фазы - хлористый метилен, хлороформ или ацетон.

Газ-носитель: гелий сжатый или азот газообразный по ГОСТ 9293.

Водород технический по ГОСТ 3022 (в случае использования хроматографа с пламенно-ионизационным детектором).

н-Гептан или изооктан с содержанием основного вещества не менее 99 % и примеси ароматического углеводорода - менее 0,05 %.

Бензол.

Толуол.

Этилбензол.

Бензол, толуол и этилбензол должны содержать основного ве-

щества не менее 99,5 %.

н-Декан.

н-Ундекан или н-додекан.

н-Ундекан или н-додекан используют в качестве "внутреннего стандарта".

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

Микрошприц вместимостью 10 мкл.

Пипетки 4(5)-2-1, 4(5)-2-2, 6(7)-2-5 и 6(7)-2-10 по ГОСТ 20292.

Колба 2-50-2 по ГОСТ 1770.

3.3.2.Подготовка к анализу

3.3.2.1.Приготовление хроматографической колонки

Хроматографическую колонку готовят согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

Рекомендуемые колонки, материалы и условия анализа представлены в табл.2. При использовании в серийных хроматографах колонок, отличающихся длиной и диаметром от указанных в табл.2, необходимо корректировать условия анализа с целью обеспечения требуемой эффективности разделения.

3.3.2.2.Оценка эффективности хроматографической колонки

В связи с тем, что параметры колонок, конкретные марки жидких фаз и условия анализа не регламентируются строго, считают колонку пригодной для выполнения анализа, если она удовлетворяет следующим требованиям:

1)парафиновые и нафтеновые углеводороды, присутствующие в бензине-растворителе, элюируются единым пиком перед пиком бензола;

Таблица 2

Рекомендуемые колонки, материалы и условия анализа

	I	2	3	4	5
Жидкая фаза	DEGS	PEG-400	ТСЕРЕ	ТСЕРЕ	ТСЕР
Длина колонки, м	2,4	30,5	4,6	4,9	6,I
Внутренний диаметр колонки, мм	2,6	0,25	I,6	I,6	4,6
Массовая доля жидкой фазы на твердом носителе, %	20	-	I0	I5	20
Твердый носитель	хромосорб Р	-	хромосорб Р	хромосорб Р	хромосорб Р
Температура испарителя, °С	266	I50	250	300	I90
Температура детектора, °С	I02	86	I75	260	2I5
Температура колонки:					
в изотермическом режиме, °С	I02	86	I00	I00	-
скорость программируемого нагрева, °С/мин	-	-	-	-	4
начальная температура разделения, °С	-	-	-	-	50
конечная температура разделения, °С	-	-	-	-	I50
продолжительность изотермического режима при конечной температуре, мин	-	-	-	-	5
Газ-носитель	гелий	азот	азот	гелий	гелий
Расход газа-носителя, см³/мин	I00	2,5	2,0	40	75
Тип детектора	ДТ	ПИД	ПИД	ПИД	ДТ
Шкала самописца, мВ	I	I0	5	I	I
Объем пробы, мкл	5	2	5	I,5	I
Делитель пробы	-	250:I	I00:I	-	-

2) добавка н-декана на хроматограмме элюируется перед пиком бензола;

3) эффективность разделения н-декана и бензола не ниже определенной величины;

4) достигается разделение бензола, толуола, ароматических углеводородов C_8 и C_9, а также "внутреннего стандарта" (н-ундекан или н-додекан) друг от друга.

Для оценки соответствия хроматографической колонки указанным требованиям выполняют анализ искусственной смеси, содержащей 5 % (по объему) н-декана, по I5 % (по объему) бензола, этилбензола и I0 % (по объему) "внутреннего стандарта" в изооктане или н-гептане. Режим работы хроматографа и объем вводимой пробы выбирают таким образом, чтобы обеспечить оптимальную чувствительность детектора и разрешающую способность колонки. При этом масштаб записи сигнала детектора устанавливают так, чтобы высоты пиков измеряемых компонентов на хроматограмме составляли не менее 25 % ширины диаграммной ленты.

На хроматограмме н-декан должен элюироваться перед пиком бензола (рис.I). Соотношение A/B должно быть более 0,5, где A – глубина "впадины" между пиками н-декана и бензола; B – высота пика бензола.

3.3.2.3. Определение градуировочных коэффициентов

Для градуировки хроматографа по ароматическим углеводородам используют искусственную смесь, содержащую примерно по 0,5 % (по массе) бензола, толуола и этилбензола, I % (по массе) "внутреннего стандарта" в изооктане или н-гептане.

Выбирают условия анализа, обеспечивающие требуемую чувст-

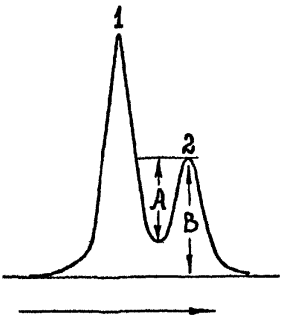

РИС.I. Разделение пиков н-декана и бензола:
I - н-декан; 2 - бензол; А - глубина "впадины" между пиками; В - высота пика бензола

вительность, и вводят пробу микрошприцем в хроматографическую колонку. Масштаб записи сигнала детектора устанавливают таким образом, чтобы высоты пиков "внутреннего стандарта" и основного ароматического компонента составляли не менее 25 % ширины диаграммной ленты.

Площади пиков на хроматограмме определяют одним из следующих методов: в виде произведения высоты на ширину пика, измеренную на середине его высоты; весовым; с помощью планиметра; механического или электронного интегратора. В случае неполного разделения ароматических углеводородов C_8 и C_9 метод расчета площадей пиков по величинам их высоты и ширины не рекомендуется.

Градуировочный коэффициент (Ка) для индивидуального ароматического углеводорода относительно "внутреннего стандарта" рассчитывают по формуле:

$$K_a = \frac{S_{ст} \cdot m_a}{m_{ст} \cdot S_a},$$

где $S_{ст}$ – площадь пика "внутреннего стандарта", мм^2;

S_a – площадь пика ароматического углеводорода, мм^2;

$m_{ст}$ – масса "внутреннего стандарта" в смеси, г;

m_a – масса ароматического углеводорода в смеси, г.

За градуировочный коэффициент для каждого ароматического углеводорода принимают среднее арифметическое результатов не менее двух последовательных анализов искусственной смеси.

3.3.3. Проведение анализа

В предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят I,0-I,5 см^3 "внутреннего стандарта" и повторно взвешивают ее с точностью до четвертого десятичного знака.

Добавляют анализируемую пробу бензина-растворителя до метки, перемешивают и вновь взвешивают с той же точностью.

Хроматографический анализ проводят в тех же условиях, которые были при калибровке прибора путем введения одинакового объема пробы, содержащей "внутренний стандарт".

На рис.2 представлена типовая хроматограмма бензина-растворителя для резиновой промышленности, полученная в условиях анализа, которые указаны в графе 3 табл.2.

3.3.4.Обработка результатов

Массовую долю индивидуального ароматического углеводорода (X_a) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_a = \frac{m_{ст} \cdot S_a \cdot K_a}{m_p \cdot S_{ст}} \cdot 100.$$

где S_a – площадь пика ароматического углеводорода, мм^2;

$S_{ст}$ – площадь пика "внутреннего стандарта", мм^2;

$m_{ст}$ – масса "внутреннего стандарта", добавленного в пробу, г;

m_p – масса пробы бензина-растворителя, г;

K_a – градуировочный коэффициент для соответствующего ароматического углеводорода.

Общее содержание ароматических углеводородов в пробе получают суммированием их массовых долей. Результаты анализа рассчитывают до сотых долей процента, затем суммируют и округляют полученную сумму до десятых долей процента.

При расчете массовых долей углеводородов C_8 и C_9 используют градуировочный коэффициент этилбензола.

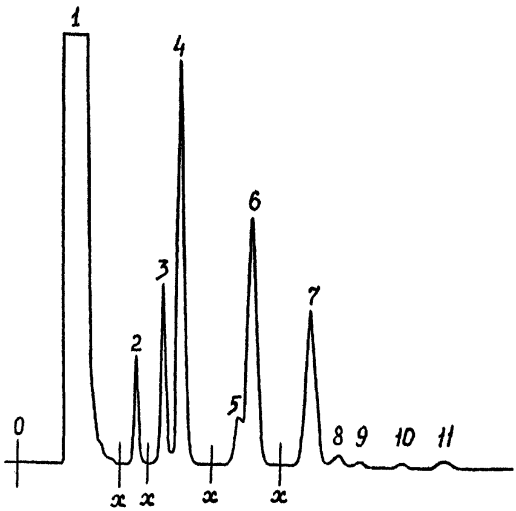

Рис.2. Типовая хроматограмма бензина-растворителя для резиновой промышленности:
0 - ввод пробы; I - парафиновые и нафтеновые углеводороды; 2 - бензол; 3 - н-ундекан; 4 - толуол; 5 - этилбензол; 6 - м- + п-ксилолы; 7 - о-ксилол + н-пропилбензол; 8,9,IO - ароматические углеводороды C_9; II - I,2,4-триметилбензол; х - изменение чувствительности

3.3.5.Показатели точности

Показатели точности метода по данным статистической обработки результатов межлабораторных испытаний следующие:

Сходимость. Разница между результатами последовательных определений, полученными одним оператором на одном и том же хроматографе при постоянных условиях анализа, идентичном испытуемом материале и длительном опыте выполнения анализов указанным методом, может превысить значения, указанные на рис.3, лишь в одном случае из двадцати.

Воспроизводимость. Разница между результатами двух отдельных и независимых определений полученными разными операторами в различных лабораториях при испытании идентичного материала и длительном опыте выполнения анализов указанным методом, может превысить значения, указанные на рис.4, в одном случае из двадцати.

3.4.Испытание на образование масляного пятна

3.4.I.Для проведения анализа применяют: секундомер механический; бумага фильтровальная по ГОСТ I2026.

Испытание на образование масляного пятна проводят следующим образом: остаток от фракционной перегонки испытуемого бензина-растворителя после измерения его объема фильтруют через бумажный фильтр в чистую химическую пробирку или в чистый цилиндр. Три капли фильтрата наносят на фильтровальную бумагу капля за каплей в одно и то же место. Фильтровальную бумагу с нанесенными на нее каплями остатка бензина-растворителя оставляют в течение 30 мин при комнатной температуре.

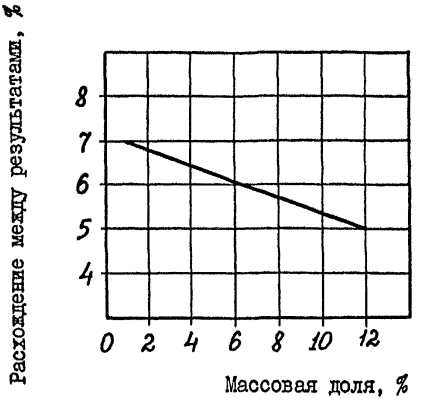

Рис.3. Сходимость результатов определения ароматических углеводородов

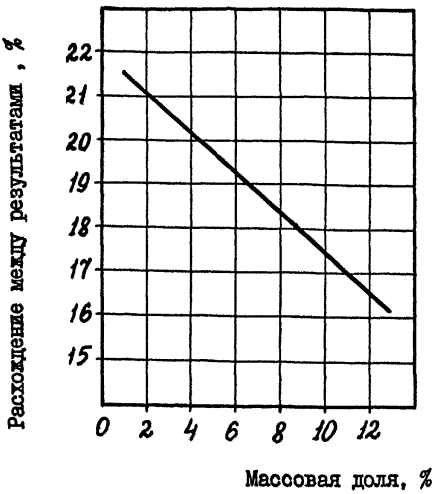

Рис.4. Воспроизводимость результатов определения ароматических углеводородов

3.4.2.Бензин-растворитель считается выдержавшим испытание, если по истечении 30 мин на фильтровальной бумаге не останется масляного пятна, придающего прозрачность этой бумаге в проходящем свете. Оттенки и контур, появившиеся на бумаге, браковочным признаком не являются.

3.5.Содержание механических примесей и воды

Содержание механических примесей и воды определяют визуально: бензин-растворитель, налитый в стеклянный цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3, должен быть прозрачным и не должен содержать взвешенных и осевших на дно посторонних примесей, в том числе воды.

4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

Транспортирование и хранение бензина-растворителя для резиновой промышленности - по ГОСТ 1510.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1.Изготовитель гарантирует соответствие качества бензина-растворителя требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2.Гарантийный срок хранения бензина-растворителя - пять лет со дня изготовления.

П Е Р Е Ч Е Н Ь

НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ, ИСПОЛЬЗОВАННОЙ В ТЕХНИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ

ГОСТ I2.I.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ I2.I.007-76	ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
ГОСТ I2.I.0I8-86	ССБТ. Пожарная безопасность. Электростатическая искробезопасность
ГОСТ I2.I.044-89	ССБТ. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения
ГОСТ I2.4.I2I-83	ССБТ. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия
ГОСТ I5I0-84	Нефть и нефтепродукты. Упаковка , маркировка, транспортирование и хранение
ГОСТ I770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки
ГОСТ 2I77-82	Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава
ГОСТ 25I7-85	Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб
ГОСТ 3022-80	Водород технический. Технические условия
ГОСТ 3900-85	Нефтепродукты. Методы определения плотности

ГОСТ 4160-74	Калий бромистый. Технические условия
ГОСТ 4204-77	Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4220-75	Калий двухромовокислый. Технические условия
ГОСТ 4232-74	Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4457-74	Калий бромноватокислый. Технические условия
ГОСТ 4517-87	Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
ГОСТ 6307-75	Нефтепродукты. Метод определения наличия водорастворимых кислот и щелочей
ГОСТ 7978-74	Бензины-растворители. Метод определения наличия тетраэтилсвинца
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9293-74	Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10163-76	Крахмал растворимый
ГОСТ 12026-76	Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 12329-77	Нефтепродукты и углеводородные растворители. Метод определения анилиновой точки и ароматических углеводородов
ГОСТ 13380-81	Нефтепродукты. Метод определения микропримесей серы

ГОСТ I4262-78	Кислота серная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ I7269-7I	Респираторы фильтрующие газопылезащитные РУ-60м и РУ-60 му. Технические условия
ГОСТ I9433-88	Грузы опасные. Классификация. Знаки опасности
ГОСТ 20292-74	Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия
ГОСТ 24I04-88	Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25794.2-83	Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования
ГОСТ 26377-84	Растворители нефтяные. Обозначение
ГОСТ 27068-86	Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

Приложение

Рекомендуемое

Данные о составе защитных средств для рук при работе с бензином-растворителем

	Содержание компонентов, массовые доли
Паста ХИОТ-6	
Желатин пищевой или фотографический	2,4
Крахмал	5,6
Глицерин медицинский	7,2
Жидкость Бурова	20,0
Вода	до 100,0
Паста ИЭР-1	
Мыло калиевое (в расчете на 100%-ное)	12,0
Глицерин	10,0
Глина белая (каолин)	44,0
Вода	до 100,0

	Содержание компонентов, массовые части
Паста "Айро"	
Каолин	45,0
Мыло хозяйственное	6,0
Карбамид	2,0
Натрия тетраборат	2,0
Кислота салициловая	0,3
Спирт этиловый	1,7
Вода	23,0
Крем "Пленкообразующий"	
Эмульсионный воск	5,0

Поливиниловый спирт	2,0
Натриевая соль карбоксиметилцеллюлозы	4,0
Желатин	2,0
Глицерин	6,0
Двуокись титана	0,5
Консервант	0,2
Вода	78,8

Мазь профессора Селисского

Желатин	I,9
Вода	37,5
Тальк	2I,I
Крахмал	I4,5
Бензойная или борная кислота	I,9

Для контроля за сохранностью защитной пленки на коже целесообразно вводить в состав паст пищевые красители, например, тетразин (желтого цвета), индигокармин (синего), или красители для волос типа хны (рыжий).