



中华人民共和国国家标准

GB/T 12688.3—2011
代替 GB/T 12688.3—1990

工业用苯乙烯试验方法 第3部分：聚合物含量的测定

Test method of styrene for industrial use—
Part 3: Determination of content of polymer

2011-05-12 发布

2011-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 12688《工业用苯乙烯试验方法》分为以下部分：

- 第1部分：纯度和烃类杂质的测定 气相色谱法；
- 第3部分：聚合物含量的测定；
- 第4部分：过氧化物含量的测定 滴定法；
- 第5部分：总醛含量的测定 滴定法；
- 第6部分：工业用苯乙烯中微量硫的测定 氧化微库仑法；
- 第8部分：阻聚剂(对-叔丁基邻苯二酚)含量的测定 分光光度法；
- 第9部分：微量苯的测定 气相色谱法。

本部分为 GB/T 12688 的第3部分。

本部分修改采用 ASTM D2121-07《苯乙烯单体中聚合物含量的标准测定方法》(英文版)。本部分与 ASTM D2121-07 的结构性差异见附录 A。

本部分与 ASTM D2121-07 相比主要技术内容变化如下：

- 规范性引用文件中引用我国标准；
- 对高纯聚苯乙烯粒子的验收进行了规定；
- 删除了标准曲线绘制中 25 ℃ 的温度要求。

本部分代替 GB/T 12688.3—1990《工业用苯乙烯中聚合物含量的测定 光度法》。

本部分与 GB/T 12688.3—1990 的主要差异为：

- 修改了标准的名称；
- 将光度法的测定范围修改为 1 mg/kg~15 mg/kg；
- 增加了高纯聚苯乙烯粒子配制聚苯乙烯标准贮备溶液的方法；
- 增加了目视法；
- 删除了标准曲线绘制中 25 ℃ 的温度要求。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油化工集团公司提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会(SAC/TC 63/SC 4)归口。

本部分起草单位：中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司。

本部分主要起草人：杨伟、陆慧丽、姜连成、田江南、李向阳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12688.3—1990。

工业用苯乙烯试验方法

第3部分：聚合物含量的测定

1 范围

本部分规定了工业用苯乙烯中聚合物含量的测定方法。

本部分的光度法适用于聚合物含量范围为 1 mg/kg~15 mg/kg 的苯乙烯样品的测定。样品聚合物含量若大于 15 mg/kg 时,则应在测定前进行适当稀释。

本部分的目视法适用于聚合物含量(质量分数)不大于 1.0% 的苯乙烯样品的测定。样品聚合物含量(质量分数)大于 1.0% 时,应在测定前进行适当稀释。

本部分不适用于工业用苯乙烯中二聚体和三聚体的检测。

本部分并不是旨在说明与其使用有关的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规的规定。

注意:苯乙烯为易燃物,在与过氧化物、无机酸和三氯化铝等接触时会发生放热聚合反应。高浓度的液态苯乙烯及其蒸气对眼睛和呼吸系统都有刺激性。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 12688 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则(GB/T 3723—1999,ISO 3165:1976,idt)

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法原理

3.1 分光光度法

利用苯乙烯单体中存在的苯乙烯聚合物不溶于甲醇的原理,在苯乙烯试样中加入无水甲醇,在 420 nm 处测定其吸光度,并与定量校准曲线进行比较,确定聚合物的含量。

3.2 目视法

在苯乙烯试样中加入无水甲醇,用目视法观测溶液的浊度,并与标准溶液进行比较,确定聚合物的含量。

4 试剂和材料

除另有注明,本部分使用的试剂应为分析纯。所用的水应符合 GB/T 6682 规定的三级水规格。

4.1 正己烷。

4.2 无水甲醇。

4.3 甲苯。

4.4 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.5 苯乙烯:纯度(质量分数) $\geq 99.6\%$ 。

4.6 聚苯乙烯:用等体积氢氧化钠溶液洗涤 50 mL 苯乙烯(4.5)3 次,再用等体积水洗涤 2 次。在第二次水洗后,使苯乙烯通过二层折叠滤纸进行快速过滤。再将约 20 mL 滤得的苯乙烯倒入试管中,置于 100 °C 的烘箱中加热 24 h,促其聚合。结束时打碎试管,取出聚苯乙烯,弃去所有玻璃,在玛瑙研钵中将聚苯乙烯磨成细粉。

4.7 商品高纯聚苯乙烯:需使用高分子量的聚苯乙烯。

注:商品聚苯乙烯粒子中含有的添加剂可能会影响标准溶液的吸光度,选择时应注意。

5 仪器和设备

5.1 分光光度计:能在波长 420 nm 处测定吸光度,且灵敏度能满足含量为 1 mg/kg 的苯乙烯聚合物的测定。

5.2 光度计吸收池:光径长度 50 mm~150 mm。

5.3 吸量管:1 mL、10 mL、15 mL。

5.4 移液管:10 mL、15 mL。

5.5 具塞锥形瓶:100 mL。

5.6 容量瓶:100 mL、1 000 mL。

5.7 试管:(25×150)mm。

5.8 日光灯管。

5.9 电子天平:精度为 0.1 mg。

6 采样

按 GB/T 3723 和 GB/T 6680 的规定采取样品。

7 分光光度法

7.1 分析步骤

7.1.1 校准曲线绘制

7.1.1.1 将 0.090 5 g 聚苯乙烯(4.6 或 4.7)溶解于 1.0 L 甲苯中。该标准贮备溶液相当于在苯乙烯中含有 100 mg/kg 的聚苯乙烯。

7.1.1.2 分别吸取聚苯乙烯标准贮备溶液 1 mL、3 mL、6 mL、9 mL、12 mL 和 15 mL,置于 6 个 100 mL 容量瓶中,用甲苯稀释至刻度,配成分别含 1 mg/kg、3 mg/kg、6 mg/kg、9 mg/kg、12 mg/kg 和 15 mg/kg 的聚苯乙烯标准溶液。

7.1.1.3 分别移取 10 mL 上述聚苯乙烯标准溶液和 15 mL 无水甲醇至一组具塞锥形瓶中,充分混合。在另一组对应的锥形瓶中,分别加入 10 mL 聚苯乙烯标准溶液和 15 mL 正己烷,充分混合。只要保持聚苯乙烯标准溶液与甲醇(或正己烷)的体积比为 2:3,也可根据光度计吸收池的容量,调整聚苯乙烯标准溶液与甲醇(或正己烷)的加入量。

7.1.1.4 使混合溶液在具塞锥形瓶中静置(15±1)min,立即将混合溶液倒入光度计吸收池中测定其吸光度,波长为 420 nm。用相应的聚苯乙烯/正己烷的混合溶液作空白。

7.1.1.5 根据聚苯乙烯的含量(mg/kg)与对应的吸光度绘制校准曲线。

7.1.2 测定

在两只具塞锥形瓶中,分别移入 10 mL 苯乙烯试样。在一只锥形瓶中再移入 15 mL 无水甲醇,另一只移入 15 mL 正己烷,均充分混匀。按 7.1.1.3 和 7.1.1.4 步骤操作,用苯乙烯试样和正己烷的混合液作空白,对试样进行测定,并从事先绘制的校准曲线上查得聚苯乙烯的含量(mg/kg)。

7.2 分析结果的表述

以两次重复测定结果的算术平均值报告其分析结果,按 GB/T 8170 的规定进行修约,精确

至1 mg/kg。

7.3 精密度

7.3.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果,对聚合物含量为1 mg/kg~15 mg/kg的试样,其绝对差值不大于0.5 mg/kg,以大于0.5 mg/kg的情况不超过5%为前提。

7.3.2 再现性

在两个不同实验室,由不同操作员,用不同仪器和设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两个测试结果,对聚合物含量为1 mg/kg~15 mg/kg的试样,其绝对差值不大于1.0 mg/kg,以大于1.0 mg/kg的情况不超过5%为前提。

8 目视法

8.1 分析步骤

8.1.1 表1给出了不同苯乙烯聚合物含量与苯乙烯和甲醇混合液浊度之间的定性描述,也可采用聚苯乙烯和甲苯制备符合表1规定的或其他已知浓度的标准样品。

表1 苯乙烯聚合物含量与苯乙烯和甲醇混合液浊度之间的关系

苯乙烯中聚合物含量(质量分数)/%	苯乙烯-甲醇混合液的浊度描述
1.0 或大于 1.0	乳白色不透明液体,有大量白色沉淀析出
0.1	乳白色不透明液体,无明显沉淀
0.01	容易看见浑浊物,混合液仍为透明状态
0.001	极微量的浑浊物,只有通过纯净的无水甲醇进行比较才能观测到
无	通过与纯净的无水甲醇进行比较也观测不到混浊物

8.1.2 吸取2 mL试样置于干燥洁净的试管(5.7),并用移液管吸取10 mL无水甲醇加入其中,用铝箔覆盖的软木塞塞住试管并用力振荡几秒钟。

8.1.3 对试管进行振荡后,透过日光灯管(5.8)检查该试管中的混合溶液。将观察到的试样混合溶液的混浊度,与表1中所给出的混浊度的描述,或其他已知聚合物含量的标准样品的混浊度进行对比。

8.2 分析结果的表述

从表1选择最接近样品的浊度描述,或根据其他已知聚合物含量的标准样品的浊度,报告试样的聚合物含量。

9 报告

报告应包括下列内容:

- 有关样品的全部资料,例如样品的名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等;
- 本部分的编号;
- 分析结果;
- 测定中观察到的任何异常现象的细节及其说明;
- 分析人员的姓名及分析日期等。

附录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与 ASTM D 2121-07 章条编号对照表

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ASTM D 2121-07 章条编号对照一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ASTM D 2121-07 章条编号对照表

本部分章条编号	对应的 ASTM D 2121-07 章条编号
1	1
2	2
3	3
—	4,5
4	7
5	6
6	9
7	10~14
8	16~20
9	—