

Method of Test for Styrene Monomer

1. 適用範圍：本標準規定苯乙烯單體之檢驗法。
2. 取樣：依 CNS 1217 石油及其產品之取樣法。
3. 純度：本試驗係使用凝固點測定裝置，其構造如圖 1 所示，溫度計下端距試料管底部約 10 公釐，試料倒入之量，係使溫度計水銀球上端之玻璃管浸入試料管中約 20 公釐高度為準。外槽內加入甲醇，使其液面大於試料管中試料液面 10 公釐之高度，再加入乾冰塊冷卻之，使外槽溫度保持攝氏負 42 至 38 度之範圍，同時以每分鐘 100 至 150 次之速率攪拌試料，攪拌圈上下位移應勿高於試料液面以及能抵達試料管底為限。當試料冷至攝氏負 30 度時，使用精密溫度計（註 1）及放大鏡，每隔 30 秒記錄試料溫度至攝氏 0.01 度。試料開始凝固時，溫度稍微上升（過冷現象），然後保持恒定值，俟全凝固後，試料溫度復繼續下降，此恒定值之溫度，即為試料凝固點測定值，經校正溫度後，依下式計算試料之純度 C（註 2）。

$$C = 100 + 2.47 (T + 30.63)$$

式內，T：經校正後之凝固點（攝氏溫度）。可依下式求之。

$$T = t + 0.00015(t - t_1)n$$

式內，t：試料凝固點測定值（攝氏溫度）。

t₁：在溫度計水銀露出部份中央附近之補助溫度計所指示之溫度（攝氏溫度）。

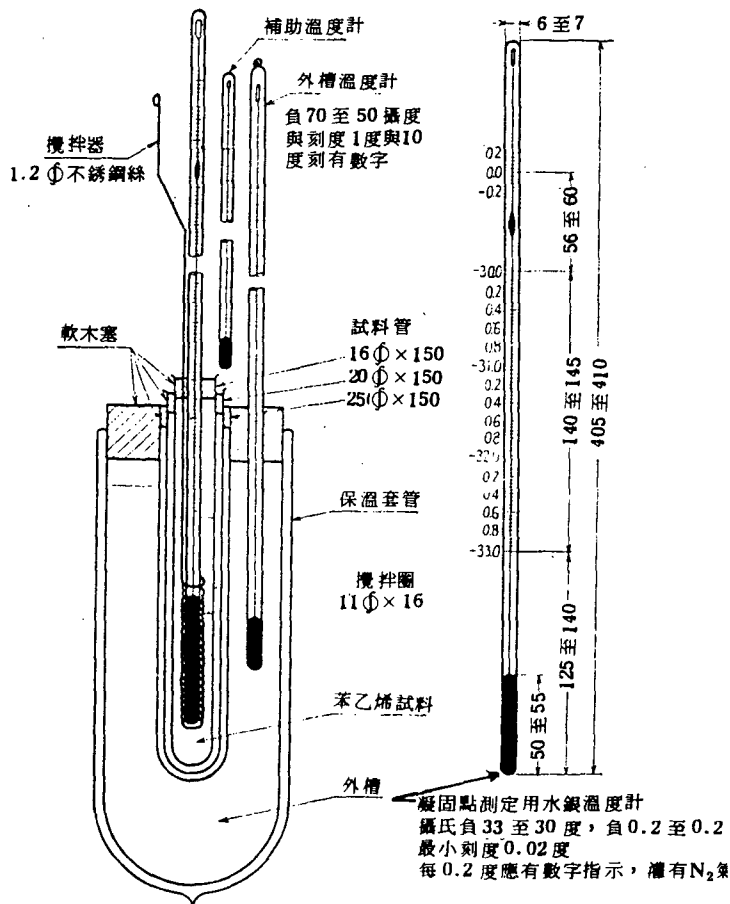
n：在溫度計之水銀柱露出部份度數。

註：1. 此溫度計須經能測至攝氏 0.001 度，白金電阻溫度計校正。

2. 本計算公式係假定樣品中不純物全是苯乙烯。

圖 1 凝固點測定裝置

單位：公釐



(共 4 頁)

4. 顏色〔鉑-鈷標度 (platinum-cobalt scale)〕：秤取氯鉑酸鉀 (K_2PtCl_6) 1.245 公克，氯化亞鈷 ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$) 1.000 公克合置於 1 公升的容量瓶內，加水溶解後，加入 100 公撮比重 1.19 濃鹽酸，以蒸餾水稀釋至刻度線，混合均勻。按照下表所示，量取前項標準溶液，經用蒸餾水稀釋為 100 公撮後，移入奈氏管 (Nessler) 內，封緊管口，製成標準色度。

鉑-鈷標準色度	標準溶液 (公撮)
5	1
10	2
15	3
20	4
25	5
30	6
35	7
40	8

取一支空奈氏管，引入 100 公撮試樣，塞緊管口，置於比色計上，與標準色度比較，記錄與試樣相近色度數目。若試樣顏色恰介於兩色度中間時，則取較暗色度表示其結果。

5. 醛類：吸取 25.0 公撮試樣，置於附有玻璃蓋 250 公撮錐形瓶內，記下樣品溫度，加入 25 公撮 甲醇及 0.2 公撮 百里香酚藍 (Thymol Blue) 指示劑，用 0.05N 氫氧化鈉或 0.05N 鹽酸中和，蒸溶液呈黃色略帶紅。加 25 公撮 氫氯化脛胺 ($NH_2OH \cdot HCl$) 放置 1 小時，偶而振盪之。然後使用 10 公撮 滴定管並以 0.05N 氫氧化鈉滴定至溶液呈黃色微紅，再放置一小時後，繼續滴定可能放出的游離酸，記錄消耗氫氧化鈉的總體積。空白試劑的滴定須依同樣方法同時進行。利用下式計算醛含量，結果以苯甲醛重量百分率表示。

$$\text{醛, \%} = \frac{(A - B) N \times 0.106}{25 \times C} \times 100$$

式內： A = 滴定試樣所耗 NaOH 總體積 (公撮)
 B = 滴定空白試劑所耗 NaOH 總體積 (公撮)
 N = NaOH 溶液之當量濃度
 C = 試樣之比重

註：試劑配製法：

- (1) 百里香酚藍：秤取 0.1 公克百里香酚藍 (Thymol Sulphorphthalein) 之鈉鹽溶於蒸餾水，並稀釋為 100 公撮。
 - (2) 氫氯化脛胺 ($NH_2OH \cdot HCl$)：秤取 20 公克氫氯化脛胺溶於 1 公升甲醇內，並以 6 公撮百里香酚藍為指示劑，用 1N 氫氧化鈉溶液或鹽酸中和至呈黃色。
6. 過氧化物：取兩個 500 公撮錐形瓶，放入少許蒸餾碎片。依次各加入 200 公撮 異丙醇 (98 至 99%) 及 10 公撮 冰醋酸。其中一瓶加入 50 公撮 試樣，另一瓶當作空白試劑。此兩瓶各裝以冷凝管，熱至沸騰後，各加入 50 公撮 碘化鈉之異丙醇飽和溶液 (約 200 公克 NaI/l)，繼續熱至緩和沸騰約 10 分鐘。將瓶取出，冷凝管各用 10 公撮 蒸餾水洗兩次，洗液合併集於瓶內。冷至室溫，各以 0.01N 硫代硫酸鈉滴定所放出之碘，當溶液呈淡黃色後，繼續緩慢滴定，至黃色消失即為終點。利用下式計算過氧化物含量，結果以過氧化氫之 ppm 表示。

$$\text{過氧化物, ppm} = \frac{(A - B) N \times 1.7}{50 \times C} \times 10^4$$

式內： A = 滴定樣品所需 $Na_2S_2O_3$ 體積 (公撮)
 B = 滴定空白試劑所需 $Na_2S_2O_3$ 體積 (公撮)
 N = $Na_2S_2O_3$ 之當量濃度
 C = 苯乙烯單體樣品之比重

7. 硫 分：

- 7.1 繪製檢量線：依次各吸取 0, 0.25, 0.50, 0.75, 1.00, 1.50, 2.00, 3.00 及 3.50 公撮 0.0062N 硫酸 (1 公撮 = 100 μg 硫) 各置於 25 公撮 量瓶，各瓶加入 5 公撮 10% 氯化鈉溶液及 1 公撮 鹽酸 (1:1)，以蒸餾水稀釋至刻度，均勻混合，其中未加硫酸之另一瓶當作空白試液，各瓶溶液移置於 25 公撮 混合量筒，加入約 0.3 公克 氯化鋇晶體 ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)，隨即搖盪 1 分鐘，靜置約 4 分鐘後，使用直徑約 2.5 公分之吸光管，在 450 nm 波長下，以光度計測出每一標準液對空白試液之吸光度 (Absorbance)。然後以吸光度對每 25 公撮 溶液中含硫量微克 (μg) 數，在直角坐標紙上作