22019-85

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО СТИРОЛА И α-МЕТИЛСТИРОЛА

ГОСТ 22019—85

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

О. В. Сигов, Ю. В. Перина, М. Г. Васюнина, Л. Х. Бердина, Я. П. Голдина

ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Зам министра Л. П. Карпенко

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1985 г. № 1480

УДК 678.7:543.06:006.354 Группа Л69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Метод определения свободного стирола и α-метилстирола

Synthetic rubbers. Method for determination of free styrene and α-methyl styrene

ГОСТ 22019—85

Взамен ГОСТ 22019—76

ОКСТУ 2294

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1985 г. № 1480 срок действия установлен

с 01.01.86
до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает хроматографический метод определения свободного стирола и α-метилстирола в бутадиенстирольных и бутадиенметилстирольных каучуках и термоэластопластах (далее—полимерах).

Сущность метода заключается в экстрагировании стирола и α-метилстирола из полимера этиловым спиртом, концентрировании экстракта с последующим хроматографическим определением стирола и α-метилстирола.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб — по СТ СЭВ 803—77 или по нормативно-технической документации на полимер.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Хроматограф газовый с ионизационно-пламенным детектором, колонкой длиной 1 м и диаметром 3 мм.

Микрошприц типа МШ-10.

Баня водяная лабораторная по нормативно-технической документации.

Баня песчаная лабораторная по нормативно-технической документации.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80, типа ВЛА-200, 2-го класса точности.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1985

Колба коническая по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 см³.
Колба круглодонная по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 см³.
Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 и 100 см³.
Пипетки градуированные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 2 и 20 см³.
Холодильник воздушный по ГОСТ 25336—82.
Анизол для хроматографии по нормативно-технической документации, х. ч.
Водород по ГОСТ 3022—80, марки А или высшего сорта.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Воздух сжатый.
Газ-носитель: азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74 или аргон по ГОСТ 10157—79, или гелий.
Мезитилен для хроматографии по нормативно-технической документации, ч. или х. ч.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, концентрированный раствор.
Носитель твердый: цветохром, диохром II, хроматон N, хромосорб W с размерами зерен 0,250—0,315 мм.
Полиэтиленгликоль с молекулярной массой 6000, 10000, 20000 для хроматографии.
Раствор анизола в циклогексане концентрации 0,001—0,002 г/см³ (раствор «внутреннего стандарта» для определения свободного стирола).
Раствор мезитилена в циклогексане концентрации 0,001—0,002 г/см³ (раствор «внутреннего стандарта» для определения свободного α-метилстирола).
Спирт этиловый гидролизный по ГОСТ 17299—78.
Хлороформ технический по ГОСТ 20115—74.
Циклогексан технический по ГОСТ 14198—78.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление сорбента

Твердый носитель в объеме, превышающем на 10—15% расчетный объем колонки, помещают в круглодонную колбу вместимостью 100 см³.

Полиэтиленгликоль в количестве 15% от массы твердого носителя растворяют в 30—40 см³ хлороформа и затем этот раствор помещают в колбу с твердым носителем. После пропитки твердого носителя растворитель испаряют при нагревании на водяной бане при температуре 50—60°С в токе воздуха с небольшой скоростью при непрерывном перемешивании до сыпучего состояния сорбента.

3.2. Заполнение колонки хроматографа сорбентом

Колонку заполняют сорбентом в соответствии с требованиями к монтажу и эксплуатации хроматографа. Колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют в потоке газа-носителя сначала при температуре 120°С в течение 30 мин, затем температуру повышают до 220°С и продувают колонку в течение 4—6 ч. Колонку охлаждают до комнатной температуры, подсоединяют к детектору. Разделение проводят в изотермическом режиме при следующих параметрах хроматографического разделения:

температура колонки, °С	80—90
температура испарителя, °С	150—200
расход газа-носителя, см³/мин	40—50
скорость диаграммной ленты, мм/ч	240.

Продолжительность анализа при определении свободного стирола (45±5) мин, свободного α-метилстирола — (75±5) мин

3.3. Приготовление стандартного раствора

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 0,10—0,05 г анизола или мезитилена и доводят до метки циклогексаном. Колбу закрывают и тщательно перемешивают раствор.

3.4. Определение градуировочных коэффициентов

Для определения градуировочных коэффициентов готовят искусственные смеси стирола, α-метилстирола и «внутреннего стандарта» в циклогексане с концентрацией 0,1; 0,5 и 1,0% каждого компонента.

Искусственные смеси хроматографируют по режиму, приведенному в п. 2.2. Для каждой искусственной смеси снимают по три хроматограммы.

Градуировочный коэффициент (K) вычисляют по формуле

$$K=\frac{S_{ст}\cdot C_x}{S_x\cdot C_{ст}},$$

где S_x, $S_{ст}$ — площади пиков определяемого стирола (α-метилстирола) и «внутреннего стандарта», мм²;

C_x, $C_{ст}$ — концентрации в искусственной смеси стирола (α-метилстирола) и «внутреннего стандарта», %.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определение свободного стирола

Мелко нарезанный полимер в количестве (1,0000±0,0002) г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, пипеткой приливают 20 см³ этилового спирта и 2 см³ раствора «внутреннего стандарта». Колбу присоединяют к воздушному холодильнику и помещают на песчаную баню. Экстрагируют в течение 30 мин.

После этого колбу охлаждают и отсоединяют от холодильника. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Содержимое колбы доводят до метки концентрированным раствором хлористого натрия.

Хроматограмма свободного α-метилстирола



1—растворитель; 2—мезитилен «внутренний стандарт»; 3—метилстирол

Черт. 1

Хроматограмма свободного стирола



1—растворитель; 2—стирол; 3—этилбензол «внутренний стандарт»

Черт. 2

4.2. Определение свободного α-метилстирола

Мелко нарезанный полимер в количестве (1,0000±0,0002) г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, пипеткой приливают 20 см³ этилового спирта и 2 см³ раствора «внутреннего стандарта».

Колбу присоединяют к воздушному холодильнику и помещают на песчаную баню. Экстрагируют 30 мин, экстракт переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. В колбу с полимером добавляют 20 см³ этилового спирта и проводят вторую экстракцию. Колбу охлаждают, отсоединяют от холодильника, экстракт сливают в ту же мерную колбу.

Содержимое колбы доводят до метки концентрированным раствором хлористого натрия.

Из углеводородного слоя микрошприцем отбирают пробу 0,2—0,5 мкл и вводят в испаритель хроматографа. Порядок выхода компонентов из колонки показан на черт. 1 и 2.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Расчет хроматограмм проводят методом «внутреннего стандарта» по площадям пиков компонентов. Площадь пика (S) каждого компонента определяют по формуле

$$S = h \cdot b,$$

где h — высота пика, мм;

b — ширина пика, измеренная на половине его высоты, мм.

Массовую долю свободного стирола (α-метилстирола) в полимере (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K \cdot S_x \cdot m_{ст} \cdot 100}{S_{ст} \cdot m},$$

где S_x, $S_{ст}$ — площади пиков определяемого мономера и «внутреннего стандарта», мм²;

$m_{ст}$ — масса навески «внутреннего стандарта», введенная в пробу, г;

m — масса навески анализируемого полимера, г;

K — градуировочный коэффициент.

5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать: при содержании десятых долей процента определяемого компонента — 0,03%, при содержании сотых долей процента — 0,003%.

Средняя относительная погрешность определения не должна превышать 10%.

5.3. Результаты испытаний записывают в протокол, который должен содержать:

наименование и марку продукта,

обозначение нормативно-технической документации на продукт,

номер партии,
результат испытания,
дату испытания,
обозначение настоящего стандарта.

Редактор Р. С. Федорова
Технический редактор *Г. А. Макарова*
Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 13.06.85 Подп. в печ. 12.09.85 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,34 уч.-изд. л.
Тир. 10000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 735

Изменение № 1 ГОСТ 22019—85 Каучуки синтетические. Метод определения свободного стирола и α-метилстирола

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 688

Дата введения 01.09.90

Раздел 1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 803—77 на ГОСТ 27109—86.

(Продолжение см. с. 218)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22019—85)

Раздел 2. Пятый абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса»;
заменить ссылку: ГОСТ 20115—74 на ГОСТ 20015—88.

(ИУС № 7 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru