МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33497— 2015 (ISO 4901:2011)

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ НА ОСНОВЕ НЕНАСЫЩЕННЫХ ПОЛИЭФИРНЫХ СМОЛ

Определение содержания остаточного мономера стирола

(ISO 4901:2011, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 497 «Композиты, конструкции и изделия из них»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 сентября 2015 г. № 80-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004 —97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 ноября 2015 г. № 1715-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33497—2015 (ISO 4901:2011) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 4901:2011 Reinforced plastics based on unsaturated-polyester resins — Determination of the residual styrene monomer content, as well as the content of other volatile aromatic hydrocarbons, by gas chromatography (Армированные пластмассы на основе ненасыщенных полиэфирных смол. Определение содержания остаточного мономера стирола, а также других летучих ароматических углеводородов газовой хроматографией) путем изменения содержания положений и структурных элементов в целях соблюдения норм русского языка и принятой терминологии.

Текст измененных положений, структурных элементов выделен в стандарте одиночной вертикальной полужирной линией на полях слева (четные страницы) или справа (нечетные страницы) от соответствующего текста.

Содержание измененных положений, структурных элементов международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА.

Измененные фразы, слова, показатели и/или их значения выделены в тексте курсивом.

В настоящий стандарт не включены примечания к подразделу 5.2 примененного международного стандарта, которые нецелесообразно применять в российской национальной стандартизации в связи с тем, что они имеют справочный характер.

Содержание исключенных примечаний приведено в дополнительном приложении ДБ.

Дополнительные положения приведены в 6.6, 8.3 и заключены в рамки из тонких линий. Дополнительные положения приведены с целью установления необходимого оборудования для проведения испытания и количественной оценки площади пиков по газовой хроматограмме.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта в соответствии с принятой терминологией.

Ссылки на международные стандарты, которые приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены в разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

Информация о замене ссылок приведена в дополнительном приложении ДВ.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой настоящего стандарта приведено в дополнительном приложении ДГ.

Разъяснение причин изменения структуры приведено в примечаниях в приложении ДГ.

Формулы оформлены в соответствии с ГОСТ 1.5—2001 (пункт 4.7).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого разработан настоящий межгосударственный стандарт имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия — модифицированная (MOD)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Требования к материалам 2
6 Требования к аппаратуре 2
7 Подготовка к проведению испытаний 2
8 Проведение испытаний 4
9 Обработка результатов 5
10 Протокол испытаний 7
Приложение А (справочное) Типовые характеристики газового хроматографа и рабочие условия для газовой хроматографии 8
Приложение ДА (справочное) Положения ISO 4901:2011, которые приняты в настоящем стандарте с модификацией их содержания 10
Приложение ДБ (справочное) Положения ISO 4901:2011, которые исключены из настоящего стандарта 12
Приложение ДВ (справочное) Перечень изменений нормативных ссылок 13
Приложение ДГ (справочное) Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта 14

ГОСТ 33497—2015
(ISO 4901:2011)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ НА ОСНОВЕ НЕНАСЫЩЕННЫХ ПОЛИЭФИРНЫХ СМОЛ

Определение содержания остаточного мономера стирола

Polymer composites based on unsaturated polyester resins.
Determination of residual styrene monomer content

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания остаточного мономера стирола в *полимерных композитах, матрица которых образована в результате необратимого отверждения* ненасыщенных полиэфирных смол *(далее — полимерные композиты)*, при помощи газовой хроматографии. Содержание остаточного мономера стирола является важным критерием в оценке уровня отверждения *матрицы полимерных композитов. Настоящий стандарт может быть также применен* для одновременного определения содержания прочих летучих ароматических углеводородов *в матрице полимерных композитов*.

Настоящий стандарт не распространяется на *полимерные композиты,* которые имеют высокую химическую стойкость.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 32794—2014 (ISO 472:1999) Композиты полимерные. Термины и определения

ГОСТ 32652—2014 (ISO 1172:1996) Композиты полимерные. Препреги, премиксы и слоистые материалы. Определение содержания стекловолокна и минеральных наполнителей. Методы сжигания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории государства по действующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 32794.

Издание официальное

4 Сущность метода

Экстрагируют дихлорметаном стирол из полимерных композитов и определяют его содержание газовой хроматографией.

5 Требования к материалам

5.1 *н*-Бутилбензол аналитической степени чистоты, используемый в качестве внутреннего эталона.

5.2 Дихлорметан аналитической степени чистоты, используемый в качестве растворителя экстракции.

5.3 Стирол, ч.д.а., для приготовления калибровочного раствора. Допускается использовать толуол (ч.д.а.), этилбензол (ч.д.а.), α-метилстирол (ч.д.а.).

Примечание — *Используют тот же тип ароматического углеводорода, который был применен* в качестве растворителя или исходного материала в процессе получения *полимерного композита.*

5.4 Газ-носитель и топливные газы для пламенно-ионизационного детектора (ПИД):
- газ-носитель: гелий или азот;
- топливные газы ПИД: водород и воздух.

6 Требования к аппаратуре

6.1 Дисковая пила, оснащенная алмазным отрезным кругом и водяным охлаждением.

6.2 Газовый хроматограф (см. приложение А) с устройством для ввода жидких образцов, оснащенным делителем потока, детектором ионизации в пламени, хроматографической колонкой.

6.3 *Регистрирующее устройство* например, компьютер.

6.4 Шприц вместимостью 1—50 см^3.

6.5 *Аналитические* весы с погрешностью взвешивания *не более* 0,1 мг.

6.6 Колбы, мерные колбы вместимостью 50, 250 и 1000 см^3.

7 Подготовка к проведению испытаний

7.1 Подготовка *образцов для испытаний*

7.1.1 В качестве образцов для испытаний используют *полимерные композиты* любой формы, *из которых вырезают* полосы шириной от 1 до 2 мм и длиной 10 мм. *При изготовлении образцов не допускается их нагрев или воздействие других факторов,* чтобы не изменилось содержание стирола и/или летучих углеводородов.

7.1.2 Для определения остаточного мономера стирола используют не менее трех образцов, если иное не установлено в нормативном документе или технической документации на полимерный композит.

7.2 Подготовка экстракционного раствора

В колбе взвешивают (250 ± 50) мг *н*-бутилбензола (см. 5.1), переливают в мерную колбу с меткой вместимостью 1000 см^3, в которой содержится приблизительно 500 см^3 дихлорметана (см. 5.2), и разбавляют до метки дихлорметаном. Температура раствора должна быть не более 25 °С.

Допускается вместо дихлорметана использовать ацетон при условии, что результаты испытаний будут сопоставимы с результатами, полученными с использованием дихлорметана. В случае расхождений в результатах используют дихлорметан.

7.3 Экстракция стирола

В зависимости от ожидаемого содержания мономера стирола взвешивают с точностью до 0,1 мг навеску образцов для испытаний, масса которой должна соответствовать значениям, указанным в таблице 1, и помещают ее в коническую колбу вместимостью 50 см^3, затем в колбу приливают 15 см^3 экстракционного раствора (см. 7.2) и оставляют на 15—20 ч в закрытой колбе, периодически встряхивая.

После последнего встряхивания дают осадку осадиться. Отстоявшийся слой раствора для испытаний применяют для введения в газовый хроматограф.

Таблица 1 — *Масса* навески в зависимости от содержания мономера стирола

Допустимое объемное содержание мономера стирола, %	Масса навески *образцов для испытаний*, мг
До 0,5 включ.	1000
Св. 0,5 до 1 включ.	500
Св. 1 до 1,5 включ.	250
Св. 1,5 до 3 включ.	150
Св. 3	100

7.4 Определение содержания стекловолокна и минерального *наполнителя*

При наличии в матрице полимерного композита минеральных наполнителей, включая армирующие наполнители, изготовленные из стекловолокна, определяют их содержание методом сжигания по ГОСТ 32652.

7.5 Подготовка калибровочных растворов

7.5.1 Общие положения

Концентрация калибровочных растворов зависит от предполагаемого содержания стирола в образце для испытаний и/или предполагаемого содержания любых других ароматических углеводородов, а также от массы навески образцов для испытаний (таблица 1). Для каждого случая определения содержания всех ароматических углеводородов требуется подготовка ряда калибровочных растворов.

Температура базового и калибровочных растворов должна быть не более 25 °С.

7.5.2 Подготовка базового раствора стирола

В колбе взвешивают (250 ± 10) мг стирола (см. 5.3), переливают в мерную колбу с меткой вместимостью 250 см^3, в которой содержится 100 см^3 экстракционного раствора (см. 7.2), разбавляют до метки экстракционным раствором и перемешивают.

Аналогичным образом готовят базовые растворы любых других ароматических углеводородов, содержание которых определяют.

7.5.3 Подготовка калибровочных растворов

Подготавливают не менее пяти различных калибровочных растворов *в мерной колбе вместимостью 50 см^3* в соответствии со схемой разведения, указанной в таблице 2. *В зависимости от выбранного* объема базового раствора доливают до метки экстракционный раствор (см. 7.2) и *перемешивают*.

Таблица 2 — Схема подготовки калибровочных растворов

Содержание стирола в калибровочном растворе,[1)] мг/дм^3	Объем взятого базового раствора, см^3	Вместимость мерной колбы, см^3
0	Неразбавленный экстракционный раствор (см. 7.2)	
0,02 × m_a	0,25	50
0,08 × m_a	1	50

Окончание таблицы 2

Содержание стирола в калибровочном растворе,[1] мг/дм^3	Объем взятого базового раствора, см^3	Вместимость мерной колбы, см^3
0,2 × m_a	2,5	50
0,4 × m_a	5	50
0,8 × m_a	10	50
1,2 × m_a	15	50
1,6 × m_a	20	50
2 × m_a	25	50
[1] m_a — фактическое содержание стирола, мг, взвешенного в соответствии с 7.5.2.		

8 Проведение испытаний

8.1 *Рабочие условия для газовой хроматографии*

Рабочие условия для газовой хроматографии должны предусматривать возможность надлежащей сепарации *стирола и/или других ароматических углеводородов*. Подготовленные хроматограммы должны удовлетворять *следующему* требованию: максимальная степень разделения пиков R_e между искомыми пиками (т. е. значения, которые соответствуют стиролу, другим ароматическим углеводородам, содержание которых предстоит установить, а также — внутреннему эталону) и пиками соответствующих компонентов, которые проявляются за незначительный промежуток времени до или после достижения искомых пиков, должна быть более 1,5.

Максимальную степень разделения пиков R_e между двумя пиками в той же области вычисляют *по формуле*

$$R_e = \frac{2(t_2 - t_1)}{W_1 + W_2}, \quad (1)$$

где t_1 и t_2 — время удерживания веществ применительно к двум пикам, *мин*;

W_1 и W_2 — соответствующие значения ширины пиков в их основании, *мин*.

Типовые рабочие условия для газовой хроматографии приведены в приложении А.

8.2 Регистрация данных хроматограмм в части раствора для испытаний и калибровочных растворов

В зависимости от чувствительности используемого газового хроматографа вводят необходимый объем раствора для испытаний, полученного по 7.3, и каждый из калибровочных растворов (см. 7.5).

Вводимый объем должен быть одинаковым для раствора для испытаний (см. 7.3) и калибровочных растворов.

Хроматографирование проводят до тех пор, пока не будут полностью элюированы все компоненты, содержание которых требуется определить (например, растворителя, стирола, прочих ароматических углеводородов, а также *н*-бутилбензола).

8.3 Оценка пиков по газовой хроматограмме

Относительное время удерживания стирола, прочих ароматических углеводородов и *н-бутилбензола должно быть известно*.

Значения площади пика всех компонентов устанавливают при помощи электронного интегрирования на основе уравнения

$$A = hw, \quad (2)$$

где h — высота пика;

w — ширина пика на половине его высоты.

При серийных определениях достаточно измерить высоту пика на хромотограммах раствора для испытаний и калибровочных растворов.

Для раствора для испытаний и калибровочных растворов должен быть выбран одинаковый метод определения площади пиков.

Примеры *времени удерживания* некоторых *наиболее часто* определяемых компонентов представлены в таблице 3. Точные значения зависят от используемого газового хроматографа и *рабочих условий.*

Таблица 3 — Стандартное время удерживания стирола, прочих ароматических углеводородов, а также *н-бутилбензола*

Компонент	Время удерживания, мин	Относительное время удерживания по отношению к н-бутилбензолу
Толуол	2,8	0,48
Этилбензол	3,7	0,64
Стирол	4,0	0,69
α-Метилстирол	5,0	0,86
н-Бутилбензол	5,8	1,00
Примечание — Значения времени удерживания были определены *в рабочих условиях, приведенных в приложении А.*		

9 Обработка результатов

9.1 Расчет итоговых данных, взятых с калибровочной кривой

По хроматограммам калибровочных растворов вычисляют отношение площадей пиков стирола и н-бутилбензола каждого калибровочного раствора Y' *по формуле*

$$Y' = \frac{A'_s}{A'_{is}} \cdot \frac{m_{is}}{250}, \quad (3)$$

где A'_s — площадь пика стирола (или другого ароматического углеводорода) калибровочного раствора;

m_{is} — масса *н-бутилбензола*, используемого для подготовки экстракционного раствора, мг;

A'_{is} — площадь пика *н*-бутилбензола калибровочного раствора.

Примечание — Все соотношения площадей пиков приводят к концентрации *н-бутилбензола*, равной 250 мг/дм^3. В данном способе можно одновременно использовать экстракционные растворы с различными внутренними эталонами. Например, калибровочные растворы, подготовленные при использовании экстракционного растворителя А (который содержит заданную концентрацию внутреннего эталона), можно использовать вместе с растворами для испытаний, подготовленными с применением экстракционного растворителя В (который содержит различную концентрацию внутреннего эталона).

Строят градуировочный график зависимости отношения площадей пиков Y' от соответствующих концентраций стирола или другого ароматического углеводорода, выраженных в миллиграммах на миллиметры.

По построенному графику определяют линейное уравнение регрессии отношения площадей пиков стирола и *н*-бутилбензола каждого калибровочного раствора Y'

$$Y' = ac'_s + b. \quad (4)$$

где a — *угол наклона прямой* линейной регрессии;

c'_a — концентрация стирола (или другого ароматического углеводорода) в калибровочном растворе, мг/дм^3;

b — отсечение осью ординат *прямой* линейной регрессии.

Если коэффициент корреляции меньше 0,995, то используют большее количество точек калибровки или строят график заново, начиная с только что приготовленных калибровочных растворов.

По хроматограмме раствора для испытаний вычисляют отношение площадей пиков стирола и н-бутилбензола Y по формуле

$$Y = \frac{A_a}{A_s} \cdot \frac{m_{is}}{250}, \quad (5)$$

где A_a — площадь пика стирола (или другого ароматического углеводорода) в растворе для испытаний;

A_s — площадь пика *н-бутилбензола* в растворе для испытаний;

m_{is} — масса *н-бутилбензола*, используемого для подготовки экстракционного раствора, мг.

Примечание — *Все соотношения площадей пиков приводятся к концентрации н-бутилбензола, равной 250 мг/дм^3.*

Концентрацию стирола (или другого ароматического углеводорода) c_a, мг/дм^3, в растворе для испытаний вычисляют по формуле

$$c_a = \frac{Y - b}{a}, \quad (6)$$

где Y — отношение площадей пиков стирола (или другого ароматического углеводорода) и н-бутилбензола раствора для испытаний;

b — отсечение осью ординат прямой линейной регрессии;

a — угол наклона прямой линейной регрессии.

9.2 Расчет содержания стирола (или другого ароматического углеводорода) *в образце для испытаний*

Содержание стирола (или другого ароматического углеводорода) P_a, % масс., вычисляют по формуле

$$P_a = \frac{1{,}5 c_a}{m_p}, \quad (7)$$

где c_a — концентрация стирола (или другого ароматического углеводорода) в растворе для испытаний, мг/дм^3;

m_p — масса образца для испытаний, мг.

Разброс по результатам, полученным из повторных определений *процентного содержания стирола (или другого ароматического углеводорода)*, не должен быть более ± 5 % от среднего арифметического значения P_a.

Примечание — Коэффициент 1,5 в данном уравнении выводится из подготовки раствора для испытаний, где 15,00 см^3 экстракционного раствора добавляют в раствор для испытаний (см. 7.3). Коэффициент 1,5 является итогом преобразования c_a из мг/дм^3 в мг/15 см^3 (т. е. 15/1000 × 100), *из чего следует размерность* в виде процентов по массе.

9.3 Расчет содержания стирола (или другого ароматического углеводорода) *в образце для испытаний при наличии минерального и армирующего наполнителей*

При наличии в матрице полимерного композита минеральных наполнителей, включая армирующие наполнители, изготовленные из стекловолокна, содержание стирола (или другого ароматического углеводорода) P_a, % масс., вычисляют по формуле

$$P_a = \frac{1{,}5 c_a 100}{m_p (100 - m_{glass} - m_{filer})} \quad (8)$$

где c_a — концентрация стирола (или другого ароматического углеводорода) в растворе для испытаний, мг/дм^3;

m_p — масса *образца для испытаний*, мг;

m_{glass} — массовая доля армирующего наполнителя в образце для испытаний, %;

m_{filer} — массовая доля минерального наполнителя в образце для испытаний, %.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

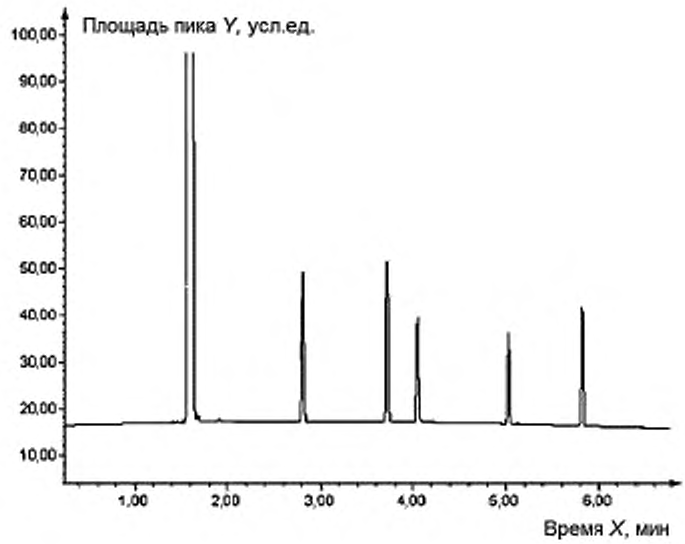
- ссылку на настоящий стандарт;
- тип испытуемого *композитного материала*, а также *информацию, необходимую* для полной идентификации образца;
- используемое оборудование для газовой хроматографии и *рабочие условия для газовой хроматографии;*
- *среднеарифметическое значение трех определений содержания стирола в образце для испытаний, округленное до двух значащих цифр после запятой;*
- *среднеарифметическое значение трех определений содержания стирола в образце для испытаний при наличии минерального и армирующего наполнителей, округленное до двух значащих цифр после запятой;*
- любые отклонения от требований настоящего стандарта;
- дату проведения анализа.

Приложение А
(справочное)

Типовые характеристики газового хроматографа и рабочие условия для газовой хроматографии

Хроматограф:	Agilent 6890
Колонка:	открытая трубчатая: - CP-Sil-8 CB (Vanan); - толщина пленки — 0,15 мкм, длина — 15 м, внутренний диаметр — 150 мкм.
Температурная программа:	- выдержка при 50 °С в течение 1 мин, увеличение до 220 °С при шаге 15 °С/мин, выдержка при 220 °С в течение 1,66 мин.
Температура ввода:	250 °С.
Температура детектора:	225 °С.
Газ-носитель:	- гелий, подача при 0,3 $см^3$/мин;
Способ ввода:	ввод пробы с делением потока.
Объем вводимой жидкости:	1 мл.
Детектор:	ПИД.
Растворитель:	Дихлорметан.
Внутренний эталон:	*н*-бутилбензол.

На рисунке А.1 приведена типовая хроматограмма.



№ пика	Время удерживания. мин	Вещество
1	2,8	Толуол
2	3,7	Этилбензол
3	4,0	Стирол
4	5,0	α-Метилстирол
5	5,8	н-Бутилбензол

Рисунок А.1 — Типовая хроматограмма газовой хроматографии стирола и прочих ароматических углеводородов

Приложение ДА
(справочное)

Положения ISO 4901:2011, которые приняты в настоящем стандарте с модификацией их содержания

ДА.1 Сущность метода

Стирол извлекают из ненасыщенных полиэфирных смол, находящихся в полимеризованном состоянии, при помощи дихлорметана. Содержание стирола в экстракции устанавливают при помощи газовой хроматографии с использованием внутреннего эталона и градуировочного графика.

ДА.2 Подраздел 5.2

Стирол, ч.д.а., а также в соответствующих случаях — прочие ароматические углеводороды, например толуол, этилбензол, а также α-метилстирол, также ч.д.а.

ДА.3 Подраздел 6.1

Резак с полотном с алмазной крошкой и водяным охлаждением для резки ненасыщенных полиэфирных смол (НПС) на полосы шириной 1—2 мм.

ДА.4 Подраздел 6.4

Шприц для введения пробы, т. е. микрошприц объемом 1 мл как отдельная позиция аппаратуры или введенный в автоинъекционный блок газового хроматографа.

ДА.5 Раздел 8.2 Подготовка экстракционного раствора

С точностью до 0,1 мг взвешивают 250 + 50 мг *н*-бутилбензола (5.1) в мерной колбе вместимостью 1000 мл, в которой должно содержаться приблизительно 500 мл дихлорметана (5.2). Доливают до метки дихлорметаном (но необходимо также изучить следующий пункт) и тщательно перемешивают.

В качестве альтернативы вместо дихлорметана можно использовать ацетон (см. примечание к 5.2) при условии, что результаты испытаний будут аналогичные тем, которые были получены с дихлорметаном. В случае расхождений в результатах следует использовать дихлорметан.

ДА.6 Первый абзац подраздела 8.3 Подготовка раствора для испытаний

Взвешивают в конической колбе вместимостью 50 мл с точностью до 0,1 мг навеску размером, который зависит от предполагаемого содержания мономера стирола (см. таблицу 1). Добавляют 15,00 мл экстракционного раствора (см. 8.2), закрывают пробкой соответствующего размера и дают суспензии отстояться в течение 15—20 ч, периодически встряхивая колбу.

ДА.7 Подраздел 8.4 Определение содержания стекловолокна и минерального материала

При условии расчета содержания стирола или другого ароматического углеводорода, исходя из содержания НПС, в которую входит стекловолокно и/или минеральный заполнитель, сжигают часть пробы (см. 7) в соответствии со стандартом ISO 1172 и определяют содержание стекловолокна, заполнителя или выполняют расчет обоих указанных материалов.

ДА.8 Пункт 8.5.1 Общие положения

Разброс по концентрациям (содержанию) калибровочных растворов, которые следует приготовить, зависит от предполагаемого содержания стирола в образце (в пробе) и предполагаемого содержания любых других ароматических углеводородов, которое требуется установить, а также — от размера (массы) взятой навески (см. таблицу 1). Для каждого случая определения содержания всех ароматических углеводородов готовят ряд калибровочных растворов.

ДА.9 Пункт 8.5.2 Подготовка базового раствора стирола

С точностью до 0,1 мг взвешивают 250 + 10 мг стирола (см. 5.3) в мерной колбе вместимостью 250 мл, в которой должно содержаться 100 мл экстракционного раствора (см. 8.2). Доливают до метки экстракционным растворителем и смешивают.

Следуя той же процедуре, готовят базовые растворы любых других ароматических углеводородов, содержание которых необходимо установить.

ДА.10 Пункт 8.6.1 Условия эксплуатации газового хроматографа

Условия проведения газовой хроматографии требуется оптимизировать для того, чтобы получить эксплуатационные параметры, указанные выше. Далее приведены общие указания настройки газохроматографического оборудования. Типовые условия эксплуатации описываются в приложении А.

Колонка: открытая трубчатая кварцевая капиллярная.

Газ-носитель: гелий или азот.

Детектор ПИД с пламенем в среде водород/воздух.

Регулируют расход потока водорода и воздуха на ПИД для того, чтобы обеспечить следующие параметры:

- высокая чувствительность отклика;
- линейная характеристика отклика по используемому диапазону концентраций;
- только незначительное влияние на отклик и чувствительность, которое незначительно изменяет расход.

ДА.11 Пункт 8.6.2 Регистрация данных хроматограмм в части раствора для испытаний и калибровочных растворов

Вносят необходимый объем, значение которого находится в зависимости от чувствительности используемого газового хроматографа, раствора для испытаний, который был подготовлен согласно 8.3, и каждый из калибровочных растворов, подготовленных согласно 8.5. Объем вводимого раствора для испытаний должен быть идентичен объему каждого из соответствующих вводимых калибровочных растворов. Регистрируют данные каждой хроматограммы, пока не будут полностью элюированы все компоненты, например растворителя, стирола, прочих ароматических углеводородов, а также — внутреннего эталона, содержание которых необходимо определить.

ДА.12 Подраздел 9.1 Расчет итоговых данных, взятых с калибровочной кривой

Строят градуировочный график путем нанесения соотношений площадей пиков Y' на график на одной оси и концентраций мг/л — на другой, для стирола или другого ароматического углеводорода, содержание которого следует определить.

Исходя из полученного графика, устанавливают линейное уравнение регрессии.

ДА.13 Подраздел 9.3 Расчет содержания стирола (или другого ароматического углеводорода) в чистой НПС

Для стеклопластиковых НПС и/или НПС с минеральным заполнителем расчет проводят из c_a концентрации P_a стирола (или другого ароматического углеводорода) в чистой НПС при помощи следующего уравнения

$$P_a = \frac{1{,}5 c_a 100}{m_p\left(100 - m_{glass} - m_{filler}\right)},$$

где P_a — содержание стирола (или другого ароматического углеводорода) в чистой НПС, % масс.;

c_a — концентрация стирола (или другого ароматического углеводорода) в растворе для испытаний, мг/л;

m_p — масса изначального образца НПС, мг;

m_{glass} — содержание стекловолокна в исходном образце НПС, % масс.;

m_{filler} — содержание минерального заполнителя в исходном образце НПС, % масс.

Примечание — В целях разъяснения относительно точки возникновения коэффициента 1,5 в данном уравнении см. примечание к 9.2.

Приложение ДБ
(справочное)

Положения ISO 4901:2011, которые исключены из настоящего стандарта

ДБ.1 Примечания к подразделу 5.2

При проглатывании или проникновении через кожный покров дихлорметан является вредным веществом. Он влияет на центральную нервную систему, печень, а также на сердечнососудистую систему и кровь. Дихлорметан вызывает раздражение кожи, глаз и органов дыхания. Также считают, что он является опасным фактором возникновения рака, риск заболевания зависит от степени и длительности воздействия вещества.

В связи с токсичностью и предполагаемой канцерогенностью дихлорметана в качестве альтернативы в настоящее время проводят испытания с ацетоном и этилацетатом. В случае, если испытания подтвердят, что один из растворителей или оба не подходят, в настоящий межгосударственный стандарт будут внесены изменения.

Приложение ДВ
(справочное)

Перечень изменений нормативных ссылок

Таблица ДВ.1

Структурный элемент (раздел, подраздел, пункт, подпункт, таблица, приложение)	Модификация
Раздел 2 Нормативные ссылки	Ссылка на ISO 472 «Пластмассы. Словарь» заменена ссылкой на ГОСТ 32794—2014 (ISO 472:1999)[1] Композиты полимерные. Термины и определения. Ссылка на ISO 1172 «Пластмассы, армированные стекловолокном. Препреги, формовочные материалы и ламинаты. Определение содержания стекловолокна и минеральных наполнителей. Методы сжигания» заменена ссылкой на ГОСТ 32652—2014 (ISO 1172:1996)[2] «Композиты полимерные. Препреги, премиксы и слоистые материалы. Определение содержания стекловолокна и минеральных наполнителей. Методы сжигания»

[1] Степень соответствия — NEQ.

[2] Степень соответствия — MOD.

Приложение ДГ
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДГ.1

Структура международного стандарта ISO 4901:2011			Структура межгосударственного стандарта		
Раздел	Подраздел	Пункт	Раздел	Подраздел	Пункт
6	6.1	—	6	6.1	—
	6.2	6.2.1		6.2	—
		6.2.2			—
		6.2.3			—
	6.3	—		6.3	—
	6.4	—		6.4	—
	6.5	—		6.5	—
	6.6	—		6.6	—
7	—	—	7	7.1	7.1.1
8	8.1	—			7.1.2
	8.2	—		7.2	—
	8.3	—		7.3	—
	8.4	—		7.4	—
	8.5	8.5.1—8.5.3		7.5	7.5.1—7.5.3
	8.6	8.6.1	8	8.1	—
		8.6.2		8.2	—
		8.6.3		8.3	—
9	9.1	—	9	9.1	—
	9.2	—		9.2	—
	9.3	—		9.3	—
10	—	—	10	—	—
Приложения		А	Приложения		А
		—			ДА
		—			ДБ
		—			ДВ
		—			ДГ

Примечания

1 Сравнение структур стандартов приведено, начиная с раздела 6, так как предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны.

2 Пункты 6.2.1, 6.2.2 и 6.2.3 международного стандарта объединены в подраздел 6.2 в настоящем стандарте в соответствии с требованиями национальной стандартизации.

3 Раздел 7 и подразделы 8.2—8.5 международного стандарта объединены в раздел 7 в настоящем стандарте в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5—2001 (пункт 7.9.5).

4 Внесены дополнительные приложения ДА—ДГ в соответствии с требованиями к оформлению межгосударственного стандарта, модифицированного по отношению к международному стандарту.

УДК 678.5.672.543.3:006.354 МКС 83.120 MOD

Ключевые слова: полимерные композиты, ненасыщенные полиэфирные смолы, мономер стирола, определение содержания остаточного мономера стирола

Редактор *В.М. Костылева*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Тираж 35 экз. Зак. 348.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва. Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru