ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПЛАСТМАССЫ. ГОМОПОЛИМЕРЫ И СОПОЛИМЕРЫ ВИНИЛХЛОРИДА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНОГО МОНОМЕРА ВИНИЛХЛОРИДА. ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

ГОСТ 25737—91
(ИСО 6401—85)

Издание официальное

24 руб. БЗ 8—91/922

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.5.543.06-006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПЛАСТМАССЫ. ГОМОПОЛИМЕРЫ И СОПОЛИМЕРЫ ВИНИЛХЛОРИДА

Определение остаточного мономера винилхлорида. Газохроматографический метод

Plastics Homopolymer and copolymer resins of vinyl chloride Determination of residual vinyl chloride monomer Gas chromatographic method

ОКСТУ 2209

ГОСТ 25737—91

(ИСО 6401—85)

Дата введения 01.01.93

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения остаточного мономера винилхлорида в гомополимерах и сополимерах винилхлорида Область применения настоящего стандарта ограничена этими гомополимерами и сополимерами Однако метод применим также к материалам и изделиям, изготовленным из этих смол.

Допускается не применять метод для материалов, полуфабрикатов и изделий строительного назначения, содержащих наполнители и подосновы из натуральных и синтетических волокон.

Нижний предел обнаружения винилхлорида зависит от того, насколько примеси в растворителе мешают определению Использование указанных растворителей позволяет определять содержание винилхлорида 0,5 мг/кг, но если влияние примесей достаточно мало, то можно определять 0,2 мг/кг.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2. ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ

Растворение и суспендирование образца в соответствующем растворителе и определение содержания винилхлорида методом газовой хроматографии на основе метода «равновесия в паровой фазе».

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть частично или полностью воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

3. РЕАГЕНТЫ

Все реагенты должны быть заведомо аналитически чистыми, а применяемая вода — дистиллированной или такой же чистоты, как дистиллированная.

Предупреждение. Винилхлорид — опасное соединение, существующее при комнатной температуре в виде газа, поэтому приготовление растворов должно проводиться только под тягой с хорошей вентиляцией.

3.1. Винилхлорид чистоты выше 99,5 %.

3.2. N,N-диметилацетамид или другие растворители, такие как N,N-диметилформамид, тетрагидрофуран или дихлорэтан, не содержащие примеси, имеющие такое же хроматографическое время удерживания, как винилхлорид или «внутренний эталон» (п. 3.3) в условиях испытания.

3.3. Диэтиловый эфир или другой реагент, например, *цис*-бутен-2 в растворителе (п 3.2), применяемый как «внутренний эталон».

«Внутренний эталон» не должен содержать примесей с таким же хроматографическим временем удерживания в условиях испытания как винилхлорид.

Использование «внутреннего эталона» не обязательно (п. 5.3.1).

3.4. Винилхлорид, стандартный раствор, соответствующий приблизительно 2000 мг винилхлорида на килограмм.

Взвешивают с точностью до 0,1 мг стеклянный сосуд и помещают в него соответствующий объем (например, 50 см^3) растворителя (п. 3.2). Снова взвешивают. Добавляют соответствующую массу (например, 0,1 г) винилхлорида в виде жидкости или газа, медленно вводя его в растворитель.

Винилхлорид можно также добавлять, барботируя его через растворитель, при условии использования устройства, предотвращающего потерю растворителя.

Повторно взвешивают с точностью до 0,1 мг. Оставляют на 2 ч до достижения равновесия. Раствор хранят в холодильнике.

3.5. Винилхлорид, разбавленный стандартный раствор.

Разбавляют взвешенное количество стандартного раствора винилхлорида (п. 3.4) до известного объема или массы, используя растворитель (п. 3.2) или «внутренний эталон» (п. 3.3).

Записывают концентрацию разбавленного стандартного раствора в миллиграммах на кубический дециметр или миллиграммах на килограмм.

4. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также:

4.1. Газовый хроматограф, снабженный автоматическим дозатором равновесной паровой фазы или приспособлением для ручного дозирования образца.

4.2. Пламенно-ионизационный детектор.

В некоторых случаях можно использовать другие детекторы, например, детектор микроэлектролитической проводимости.

4.3. Газохроматографическая колонка.

Колонка должна обладать способностью полностью отделять пик воздуха и пик винилхлорида от пиков стандартного раствора (п. 3.5) и «внутреннего эталона», если он используется.

Сигнал раствора, содержащего 0,02 мг винилхлорида на кубический дециметр или килограмм, должен быть по меньшей мере в 5 раз больше фонового шума.

Примеры колонок даны в приложении.

4.4. Самопишущий потенциометр и интегратор (по желанию).

4.5. Колбы или ампулы для образца, снабженные пробками из силиконового или бутилового каучука.

Если образец из равновесной паровой фазы берут вручную с помощью шприца внутри ампулы или колбы, то может образоваться частичный вакуум. Поэтому при работе вручную, если емкость не подвергается давлению от отбора проб, рекомендуется использование для образцов больших емкостей (50 см³).

4.6. Микрошприцы

4.7. Газонепроницаемые шприцы для ручного отбора проб из равновесной паровой фазы.

Допускается применять комбинированный шприц типа «Рекорд с силиконовыми уплотнительными кольцами по ГОСТ 22967.

4.8. Аналитические весы с точностью взвешивания до 0,1 мг.

5. МЕТОДИКА

5.1. Общая часть

Следует принять все необходимые меры, чтобы не произошло потерь винилхлорида или растворителя вследствие улетучивания.

При использовании ручного метода отбора проб настоятельно рекомендуется использовать «внутренний эталон» (п. 3.3).

Если используется «внутренний эталон», то в течение всего испытания следует использовать один и тот же раствор.

5.2. Анализируемые пробы

Приготовляют три пробы путем взвешивания с точностью до 0,1 мг не менее 200 мг образца (п. 4.5).

Следует удостовериться, что пробы имеют равные массы. Затем необходимо сразу же закрыть колбы.

5.3. Определение

5.3.1. *Приготовление раствора анализируемой пробы*

К пробам (п. 5.2) в колбах добавляют в пропорции 10 см³ на грамм пробы растворитель (п. 3.2), содержащий, если считают нужным, «внутренний эталон» (п. 3.3). Сосуды закрывают.

5.3.2. *Приготовление калибровочных растворов*

В две партии по семь колб (п. 4.5) вводят объем разбавленного стандартного раствора винилхлорида (п. 3.5) и растворителя (п. 3.2) или «внутреннего эталона» (п. 3.3) таким образом, чтобы получить две партии растворов, содержащих приблизительно 0—0,050—0,075—0,100—0,125—0,150 и 0,200 мг/дм^3 винилхлорида, и чтобы все колбы содержали тот же объем растворителя, что и растворы анализируемой пробы (п. 5.3.1). Колбы закрывают.

5.3.3. *Приготовление калибровочных контрольных растворов*

Приготовляют новый стандартный раствор винилхлорида, повторяя методику, указанную в п. 3.4, а затем приготовляют разбавленный стандартный раствор винилхлорида с содержанием винилхлорида 0,1 мг/дм^3, используя методику, описанную в п. 3.5.

Для газовой хроматографии каждое аликвотное разбавление приготовляют дважды.

5.3.4. *Газовая хроматография*

5.3.4.1. Колбы, содержащие растворы анализируемой пробы (п. 5.3.1), калибровочные растворы (п. 5.3.2) и калибровочные контрольные растворы, помещают (п. 5.3.3) в водяную баню при температуре (60±1)°С и оставляют на 2 ч до достижения равновесия. Содержимое колбы перемешивают, избегая контакта жидкости с пробкой, до получения по возможности гомогенной суспензии полимера.

5.3.4.2. Отбирают пробы из равновесной паровой фазы каждой колбы.

Если пользоваться ручным методом отбора проб, то следует соблюдать осторожность, чтобы получить воспроизводимый образец (п. 4.5). В частности, шприц нужно нагревать до той же температуры, что и образец.

5.3.4.3. Дозируют образцы поочередно в колонку и записывают хроматограммы.

При необходимости выводят избыток растворителя из колонки, используя соответствующий метод, как только пики растворителя появятся на хроматограмме.

5.4. Получение калибровочного графика

5.4.1. Строят график, в котором содержание винилхлорида в калибровочных растворах, выраженное в миллиграммах на кубический дециметр или миллиграммах на килограмм, откладывают на оси абсцисс, а соответствующие площади пиков (или высоты) или эти площади (или высоты) относительно «внутреннего эталона» на оси ординат.

5.4.2. При расчете калибровочного графика необходимо тщательно соблюдать следующие требования.

График должен строиться при наличии не менее семи пар точек.

Сходимость откликов должна быть лучше, чем 0,02 мг винилхлорида на литр или килограмм. Кривая зависимости рассчитывается по точкам методом наименьших квадратов.

График должен быть линейным, т. е. стандартное отклонение откликов от линии регрессии, деленное на среднее значение всех откликов, не должно превышать 0,07.

5.4.3. Среднее значение результатов определений на калибровочных контрольных растворах не должно отличаться от соответствующей точки на калибровочном графике более чем на 7 %.

Если разница превышает 7 %, то стандартный раствор винилхлорида (п. 3.4) и последующие разбавления вместе со стандартным раствором винилхлорида, используемые для приготовления калибровочных контрольных растворов, бракуют и повторяют испытание сначала.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Метод расчета

Если при определении использовали одни и те же количества сбразца и растворителя известной и постоянной концентрации «внутреннего эталона», то содержание винилхлорида в растворе анализируемой пробы, выраженное в миллиграммах на кубический дециметр или килограмм, считывают непосредственно с калибровочного графика.

В других случаях содержание винилхлорида в миллиграммах на кубический дециметр или килограмм раствора анализируемой пробы определяют путем интерполяции из калибровочного графика.

Содержание винилхлорида в образце (с) в миллиграммах на кубический дециметр или на килограмм рассчитывают по формуле

$$\frac{cV}{m} \cdot 1000,$$

где V — объем используемого раствора, см^3;
m — масса анализируемой пробы, мг.

В качестве результата берется среднее арифметическое результатов трех определений или расчетов.

6.2. Точность

Цикл испытаний, проведенных на гомогенных образцах пленки, дали следующие результаты при содержании мономера винилхлорида по 1 мг/кг: сходимость — 0,2 мг/кг; воспроизводимость 0,4 мг/кг.

7. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующие данные:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) полную идентификацию испытуемого материала, включая номерной код изготовителя, марку и вид;

в) описание используемой хроматографической колонки;

г) тип детектора;

д) калибровочный график;

е) результаты трех экспериментальных проб отдельно и их среднее арифметическое значение.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

Колонки, пригодные для определения содержания мономера *винилхлорида в гомополимерах и сополимерах*

Номер по порядку	Длина, м	Диаметр, мм	Неподвижная фаза	Носитель	Диапазон рабочих температур, °С
1	2,00	2	Карбовакс 1500 20% (м/м)	Карбопак В 180—150 мкм	50—70
2[1]	1,00	2	—	Порапак Q или QS 180—150 мкм	120—140
3	3,00	2	Диизодецилфталат 25% (м/м)	Хромсорб WHP 180—150 мкм	50—70
4	3,00	3	1,2,3-три (2-цианоэтокси) пропан 20% (м/м)	Хромсорб WAW-OMCS 180—150 мкм	35—55
5	3,60	2	Полипропиленгликоль 3000, 15% (м/м)	Кизельгур 250—180 мкм	40—60

[1] Эта колонка не пригодна для определения на сополимерах винилхлорида и винилацетата (ВХ/ВА).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ВНЕСЕН ТК 200 «Поливинилхлорид, полиметилметакрилат»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 15.11.91 № 1748
   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 6401—85 «Пластмассы. Гомополимеры и сополимеры винилхлорида. Определение остаточного мономера винилхлорида. Газохроматографический метод» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. Срок первой проверки — 1997 г.
   Периодичность проверки — 5 лет

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 22967—90	4.7

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *М. С. Кабашова*

Сдано в наб. 05 12 91 Подп в печ. 23 12 91. Усл. печ л 0,75 Усл кр-отт 0,75 Уч-изд л 0,45
Тир 510 экз. Цена 24 р

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер, 6. Зак. 793

gost.e-ecolog.ru