



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО СТИРОЛА
И α -МЕТИЛСТИРОЛА

ГОСТ 22019-85

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

РАЗРАБОТАН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

О. В. Сигов, Ю. В. Перица, 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

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Метод определения свободного стирола
и α -метилстиролаSynthetic rubbers. Method for determination
of free styrene and α -methyl styreneГОСТ
22019—85Взамен
ГОСТ 22019—76

ОКСТУ 2294

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая
1985 г. № 1430 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 бутадienstиrolьных и бутадienstиrolьметилстирольных 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 низионационно-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.

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.

Пилетки 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, динохром П, 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°C 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°C в течение 30 мин, затем температуру повышают до 220°C 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, °C	80—90
температура испарителя, °C	150—200
расход газа-носителя, см ³ /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

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

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

C_x , $C_{\text{ст}}$ — 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.

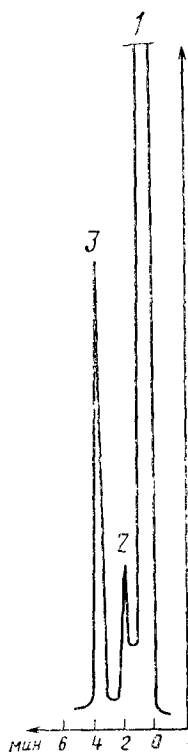
Хроматограмма
свободного
 α -метилстирола



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

Черт. 1

Хроматограмма
свободного стирола



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

Черт. 2

4.2. Определение свободного α -метилстирола

Мелко нарезанный полимер в количестве $(1,0000 \pm 0,0002)$ 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

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

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

$m_{\text{ст}}$ — 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. Евтева

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. 736

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.)