

---

**Изменение № 2\* ГОСТ 22648—77 Пластмассы. Методы определения гигиенических показателей**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.12.87 № 4382**

**Дата введения 1988—07—01**

Под наименованием стандарта указать код: ОКСТУ 2209.

Пункт 1.4. Заменить ссылку: ГОСТ 6371—73 на ГОСТ 25336—82;

дополнить абзацем: «Для каждого испытания в идентичных с опытом условиях готовят контрольную пробу — воду или воздух без образцов».

Пункт 1.5.1. Третий абзац после слова «выдерживают» дополнить словами: «при указанной температуре».

Пункт 1.6. Наименование изложить в новой редакции:

«1.6. Приготовление вытяжек из полистирольных пластмасс и сopolимеров стирола»;

заменить ссылку: ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82.

Пункты 1.8.1; 3.9.1; 3.9.3.2; 3.9.3.3; 3.9.4. Заменить слово: «фторион» на «фтор-ион».

Пункт 2.2. Заменить ссылку: ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 3.1.2. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Стирол по ГОСТ 10003—90, свободный от полимера. При добавлении к 1 см<sup>3</sup> стирола 5 см<sup>3</sup> этилового спирта (ГОСТ 18300—87) не должно наблюдаться помутнения раствора»;

чертеж 1. Подрисуночный текст. Заменить ссылки: ГОСТ 9425—71 и ГОСТ 9499—70 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 3.1.3. Первый абзац после слов «в цилиндрических» дополнить словами: «или прямоугольных»;

---

\* Текст изменения не был опубликован в ИУС № 2—88 из-за большого объема. Изменение выпускалось в 1988 г. отдельным изданием.

По просьбам предприятий публикуем текст изменения № 2.

(Продолжение см. с. 80)

---

*(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 22648—77)*

дополнить абзацами (после первого).

«Оптическую плотность контрольных ( $D_c$ ) и рабочих ( $D_p$ ) проб измеряют по отношению к свежей дистиллированной воде. Расхождение между значениями оптической плотности параллельных контрольных дистиллятов не должно превышать 0,01.

Путем вычитания из среднего значения показателя оптической плотности дистиллята рабочих проб ( $D_p$ ) аналогичного показателя контрольных ( $D_c$ ) находят значение истинной оптической плотности ( $D$ ):

$$D = D_p - D_c.$$

После каждого измерения кюветы ополаскивают дистиллированной водой.

Пункты 3.2.2, 3.3.2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункты 3.2.2 (первый абзац), 3.3.2 (второй абзац) изложить в новой редакции: «Стирол по ГОСТ 10003—90, проверенный, как указано в п. 3.1.2, на отсутствие полимера».

Пункт 3.4 изложить в новой редакции:

«3.4. Газохроматографический метод определения стирола, нитрила акриловой кислоты, метилового эфира метакриловой кислоты, этилбензола и других неполимеризующихся примесей в воде, контактировавшей с полистирольными пластиками».

Пункты 3.4.1—3.4.4 изложить в новой редакции:

*«3.4.1. Сущность метода*

Метод заключается в термостатировании 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, бывшей в непосредственном или опосредованном контакте с образцами полистирольного пластика, в стеклянной герметично закрытой емкости до установления равновесия между жидкой и газовой фазами с последующим газохроматографическим анализом паровой фазы.

Предел обнаружения этилбензола в водных вытяжках — 0,001 мг/дм<sup>3</sup>, стирола, акрилонитрила и метилметакрилата — 0,002 мг/дм<sup>3</sup>.

Относительная ошибка определения не должна превышать 15 %.

*3.4.2. Реактивы, посуда и приборы*

*(Продолжение см. с. 81)*

Стирол по ГОСТ 10003—90.

Этилбензол технический по ГОСТ 9385—77.

Нитрил акриловой кислоты технический по ГОСТ 11097—86.

Эфир метиловый метакриловой кислоты по ГОСТ 20370—74.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87 перегнанный.

Стандартный раствор стирола (этилбензола) в этаноле концентрации от 0,3 до 0,5 мг/см<sup>3</sup>. Для его приготовления в пикнометр вместимостью 25 см<sup>3</sup> вносят 10—15 см<sup>3</sup> перегнанного этанола и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. После добавления 8—14 мм<sup>3</sup> стирола (этилбензола) пикнометр вновь взвешивают и доводят объем раствора до метки этанолом. Концентрацию вещества в растворе находят путем деления разности результатов двух взвешиваний на объем пикнометра.

Стандартный раствор акрилонитрила (метилметакрилата) в воде концентрации от 0,3 до 0,5 мг/см<sup>3</sup>; готовят аналогично.

Твердый носитель диатомитовый, динохром-Н, или другие подходящие носители с частицами размером от 0,20 до 0,315 мм.

Неподвижная фаза — полиэтиленгликольадипинат (ПЭГА), ч. д. а. или полиэтиленгликольсукинат (ПЭГС), ч. д. а.

Аргон по ГОСТ 10157—79, газообразный, высшего сорта или азот по ГОСТ 9293—74, газообразный.

Воздух сжатый по ГОСТ 17433—80.

Водород технический по ГОСТ 3022—80 марки А или марки Б.

Шприцы медицинские типа «Рекорд» вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup> и микрошиприцы МШ-1 и МШ-10 вместимостью 1 и 10 мм<sup>3</sup>.

Склянки вместимостью 40 см<sup>3</sup>, закрывающиеся навинчивающейся крышкой, в которой просверлено отверстие для взятия проб шприцем. Для уплотнения в крышку вставляют прокладку из инертной термостойкой резины на основе силиконового каучука марки СКТ. Под резиновую прокладку помещают снизу фторопластовую пленку либо алюминиевую фольгу для предотвращения процессов сорбции-десорбции между резиной и испытуемой пробой и снижения «фона».

Ультратермостат, обеспечивающий нагрев до температуры 200 °С.

Водяная баня с контактным термометром или термостат колонок хроматографа.

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором (Цвет-102, Цвет-110 и т. п.).

Ткани фильтровальные из стеклянных крученых комплексных нитей по ГОСТ 10146—74.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

### 3.4.3. Приготовление насадки для колонки хроматографа

Твердый носитель высушивают в термостате при температуре (200±2) °С в течение 1,5—2,0 ч, после чего его пропитывают ПЭГА или ПЭГС из расчета 15 г неподвижной фазы на 85 г твердого носителя. ПЭГА или ПЭГС растворяют в ацетоне, в полученный раствор помещают твердый носитель и оставляют на 1,0—1,5 ч. Растворитель берут в таком объеме, чтобы твердый носитель находился под слоем жидкости. После пропитки твердого носителя растворитель удаляют выпа-

риванием при температуре от 40 до 60 °С, периодически перемешивая насадку, или с помощью вакуума.

**3.4.4. Заполнение колонки хроматографа насадкой и вывод хроматографа на рабочий режим**

Приготовленной насадкой заполняют чистую и сухую колонку хроматографа, закрывают ее концы тампоном из стекловолокна и присоединяют к газовой линии хроматографа. Для стабилизации продувают ее инертным газом в течение 48 ч при температуре 150 °С, не соединяя колонку с детектором.

После продувки колонку соединяют с детектором, устанавливают рабочий режим хроматографа введением 0,1—0,5 мм<sup>3</sup> различных растворителей (ацетона, этанола и т. п.) до получения стабильной нулевой линии».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.4.5:

**«3.4.5. Проведение анализа**

Перед проведением анализа лабораторную посуду тщательно моют с соблюдением требований, предъявляемых к микроанализу.

Медицинские шприцы разбирают, промывают проточной водой и 2—3 раза кипятят в свежих порциях дистиллированной воды.

Отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, бывшей в непосредственном или опосредованном контакте с полистирольными образцами (усредненная проба), переносят в склянку вместимостью 40 см<sup>3</sup> и плотно завинчивают ее крышкой, снабженной резиновой и фторопластовой или из алюминиевой фольги прокладками толщиной не более 2 мм.

Затем склянку помещают в ультратермостат и выдерживают в течение 15 мин при температуре (95±2) °С. Заранее подогретым шприцем типа «Рекорд» (для этого в промежутках между анализами шприц в разобранном виде кладут на ультратермостат или испаритель хроматографа) набирают 5 см<sup>3</sup> воздуха и вводят в склянку.

Не вынимая иглы из склянки, отбирают 5 см<sup>3</sup> паровоздушной смеси. Перед отбором каждой пробы баллон шприца 10-кратно прокачивают сначала воздухом, а затем 2-кратно анализируемым паром внутри склянки. После отбора пробы пара ее необходимо сразу ввести в испаритель хроматографа, не допуская конденсации на стенах шприца.

При хроматографировании используют металлическую колонку 3000×3 мм, заполненную твердым носителем с нанесенным на него ПЭГА или ПЭГС в качестве неподвижной фазы.

Хроматографирование проводят при следующих условиях:

температура:

колонки . . . . .	95—100 °С
испарителя . . . . .	150 °С

скорость потока:

газа-носителя аргона или	
азота . . . . .	30 см <sup>3</sup> /мин
водорода . . . . .	30 см <sup>3</sup> /мин
воздуха . . . . .	300 см <sup>3</sup> /мин
скорость движения диаграммной ленты . . .	4 мм/мин
чувствительность по шкале регистратора . . .	10 <sup>-11</sup> А

время удерживания:

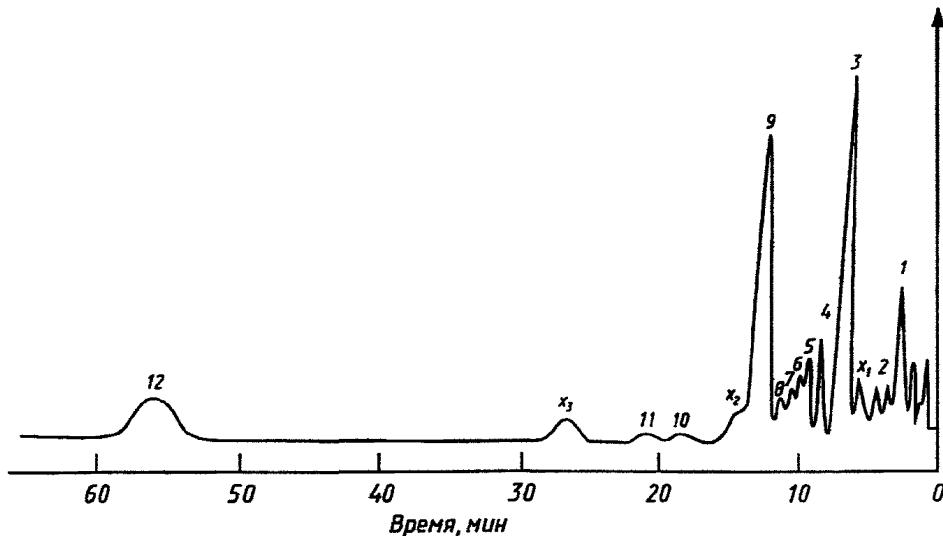
акрилонитрила . . . . .	3 мин 40 с
метилметакрилата . . . . .	4 мин 15 с
этилбензола . . . . .	6 мин
стирола . . . . .	13 мин

Допускается корректировка условий анализа при использовании различных видов хроматографов при условии полного разделения пиков компонентов смеси на хроматограммах (черт. 3, 4 и 5).

Аналогично проводят анализ контрольной дистиллированной воды, используя для этого чистый шприц.

Концентрацию стирола, акрилонитрила, метилметакрилата и этилбензола находят по градуировочным графикам. Для их построения в склянку вместимостью 40 см<sup>3</sup> вносят 10 см<sup>3</sup> дистилированной воды и плотно завинчивают ее крышкой с прокладками. С помощью микрошприца МШ-1 и МШ-10 вводят в воду стандартный раствор соответствующего мономера или этилбензола в количествах 0,2; 0,6; 1,0; 3,0; 5,0 мм<sup>3</sup>, приблизительно соответствующих содержанию этих веществ в растворах от 0,005 до 0,150 мг/дм<sup>3</sup>. Перед дозированием каждого нового раствора микрошприц многократно промывают этим раствором. При вводе стандартного раствора стирола (этилбензола) в герметичную склянку конец иглы шприца МШ-1 или МШ-10 погружают в дистилированную воду, медленно спуская поршень во избежание барботирования смеси, и тщательно перемешивают. Затем склянку помешают в ультратермостат и далее поступают так же, как описано выше.

## **Типовая хроматограмма разделения остаточных мономеров и примесей в водных вытяжках из полимеров стирола**



1 — бензол; 2 — толуол; 3 — этилбензол; 4 — *т*-ксилол; 5 — *м*-ксилол; 6 — изопропилбензол; 7 — о-ксилол; 8 — *п*-пропиленбензол; 9 — *м*-метилистилбензол; 10 — *этилтолуол*; 11 — стирол; 12 — фенилапетилен; 13 — *п*-метистирилен; 14 — бензальпетилен; 15 — *х*-хенол; 16 — *п*-нитрофениловые компоненты.

## Черт. 3

(Продолжение см. с. 84)

При хроматографировании растворов с более высокими концентрациями анализируемых веществ регистратор чувствительности переключают на более низкую чувствительность.

Измерив высоты ( $H$ , мм) или площади ( $S$ ,  $\text{мм}^2$ ) зарегистрированных детектором пиков стирола (акрилонитрила, метилметакрилата, этилбензола), строят градуировочные графики зависимости:

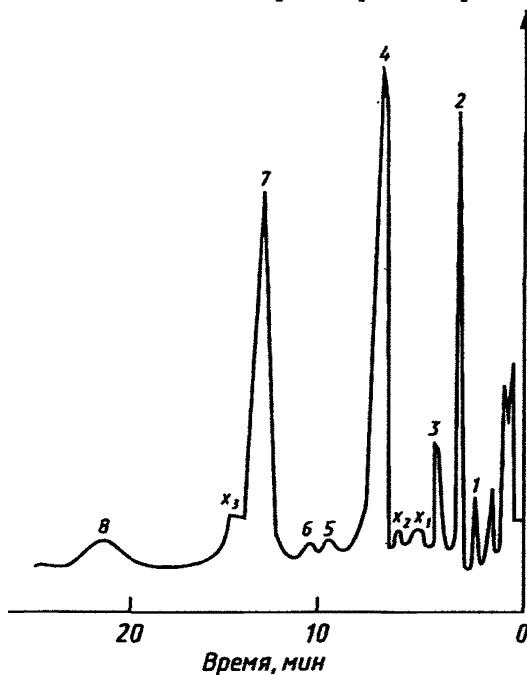
$$H=f(c) \text{ или } S=f(c),$$

где  $c$  — концентрация искомого вещества,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ .

При наличии в вытяжках из полистирольных пластиков других примесей для их определения строят градуировочные графики так, как описано выше. Порядок выхода компонентов на хроматограмме и время их удерживания должны соответствовать представленным на черт. 3 и 4.

Если в водных вытяжках одновременно присутствуют акрилонитрил и метилметакрилат (например, в случае тройных сополимеров стирола с акрилонитрилом и метилметакрилатом), то для лучшего разделения их пиков снижают температуру колонки до  $70^\circ\text{C}$ , сохраняя все остальные параметры анализа. В этом случае время удерживания мономеров и примесей увеличивается (черт. 5).

**Типовая хроматограмма разделения остаточных мономеров и примесей в водных вытяжках из сополимеров стирола с акрилонитрилом**

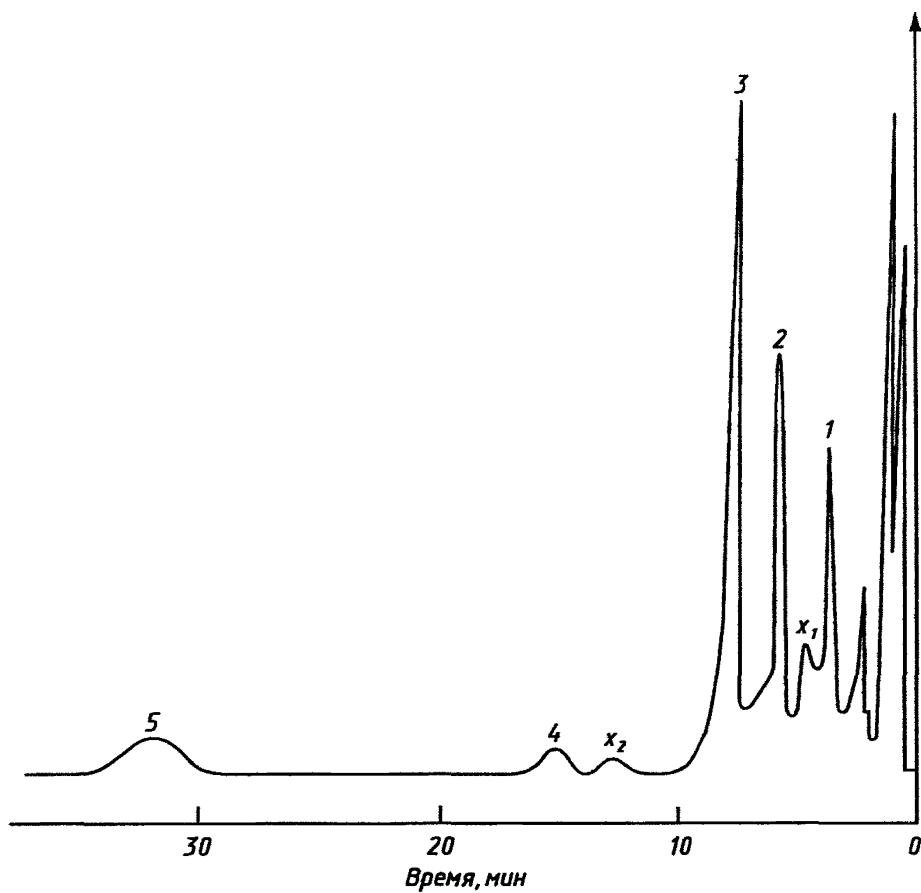


1 — бензол; 2 — акрилонитрил; 3 — толуол; 4 — этилбензол;  
5 — *m*-ксиол; 6 — изопропилбензол; 7 — стирол; 8 —  $\alpha$ -метилстирол;  $x_1$ ,  $x_2$ ,  $x_3$  — неидентифицированные компоненты

Черт. 4

(Продолжение см. с. 85)

Типовая хроматограмма разделения остаточных мономеров и примесей  
в водных вытяжках из сополимеров стирола  
с акрилонитрилом и метилметакрилатом



1 — бензол; 2 — акрилонитрил; 3 — метилметакрилат; 4 — этилбензол; 5 — стирол;  
 $x_1$ ,  $x_2$  — неидентифицированные компоненты

Черт. 5

Пункт 3.5.2. Заменить ссылки: ГОСТ 10515—75 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.7.1 изложить в новой редакции:

«3.7.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в способности солянокислого фенилгидразина образовывать с формальдегидом в присутствии окислителя окрашенный продукт.

(Продолжение см. с. 86)

Чувствительность метода — 0,1 мг/дм<sup>3</sup>.

Относительная погрешность определения — 10 %».

Пункт 3.7.2. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

Раствор формалина 1%-ный, готовят в дистиллированной воде (раствор А). Количество формальдегида в нем определяют титрометрически: в колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> вводят 1 см<sup>3</sup> 1%-ного раствора формалина, приливают 10 см<sup>3</sup> воды и добавляют из бюретки 10 см<sup>3</sup> раствора йода. Затем по каплям добавляют раствор гидроокиси натрия до получения светло-желтого окрашивания. Оставляют на 10 мин в темноте, после чего оттитровывают раствором тиосульфата натрия с крахмалом (1 см<sup>3</sup> 0,5%-ного раствора) в качестве индикатора.

В таких же условиях оттитровывают и контрольный раствор. Разность между объемами раствора тиосульфата натрия, пошедшего на контрольное титрование и титрование формалина, позволяет вычислить количество йода, пошедшего на окисление формальдегида;

пятый—восьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Рабочие растворы формальдегида в воде концентраций 0,01 мг/см<sup>3</sup> и 0,001 мг/см<sup>3</sup> (растворы Б<sub>1</sub> и Б<sub>2</sub>); готовят соответствующим разбавлением основного раствора.

Пример. Концентрация формальдегида в растворе А равна 0,4 мг/см<sup>3</sup>. Для приготовления 500 см<sup>3</sup> раствора концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup> (раствор Б) следует взять

$$\frac{50 \cdot 1}{0,4} = 125 \text{ см}^3 \text{ оттитрованного раствора А.}$$

Из полученного раствора Б готовят перед испытанием рабочие растворы Б<sub>1</sub> и Б<sub>2</sub>. Для этого 10 см<sup>3</sup> и 1 см<sup>3</sup> раствора Б разводят водой до 100 см<sup>3</sup> в мерных колбах»;

девятый, десятый, одиннадцатый, тринадцатый, четырнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Йод по ГОСТ 4159—79; 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77,3 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 0,5 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>»;

пятнадцатый абзац исключить;

дополнить абзацами:

«Спирт изопропиловый, х. ч.

Фенилгидразин солянокислый по ТУ 6—09—07—1688—89, раствор с массовой долей 5 %, свежеприготовленный, отфильтрованный. Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206—75, раствор с массовой долей 1 % (устойчив в течение недели)».

Пункт 3.7.3 изложить в новой редакции:

«3.7.3. Проведение испытания

В пробирку отбирают 3 см<sup>3</sup> водной вытяжки (пробирка пробы). Одновременно готовят шкалу, при этом масса формальдегида в пробирках со стандартными растворами должна быть 0; 0,0003; 0,0005; 0,0007; 0,001; 0,002 и 0,005 мг (пробирки шкалы). Объем в пробирках шкалы доводят дистиллированной водой до 3 см<sup>3</sup>.

В пробирки шкалы и проб приливают по 0,1 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, по 2 см<sup>3</sup> изопропилового спирта и по 0,2 см<sup>3</sup> раствора солянокислого фенилгидразина. Содержимое пробирок после прибавления каждого реагента взбалтывают и оставляют на 15 мин. Затем добавляют 0,3 см<sup>3</sup> раствора калия железосинеродистого, взбалтывают и снова оставляют на 15 мин. Добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, встряхивают и через 10 мин фотометрируют в кювете с толщиной слоя раствора 1 см при длине волн 520 нм.

Оптическую плотность контрольных ( $D_{x_1}$ ) и рабочих ( $D_{p_1}$ ) проб измеряют по отношению к свежей дистиллированной воде. Расхождение между значениями оптической плотности двух параллельных контрольных дистиллятов не должно превышать 0,01. Путем вычитания из среднего значения показателя оптической плотности рабочих проб значения аналогичного показателя контрольных находят истинное значение оптической плотности ( $D_1$ ):

$$D_1 = D_{p_1} - D_{x_1},$$

где  $D_{p_1}$  — среднее значение показателя оптической плотности рабочих проб;

$D_{x_1}$  — среднее значение показателя оптической плотности контрольных проб.

Для построения градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс — концентрацию формальдегида в пересчете на 1 дм<sup>3</sup> «вытяжки».

Пункт 3.8.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Сущность метода заключается в способности солянокислого фенилгидразина в кислой среде образовывать окрашенные соединения. Чувствительность метода — 0,3 мг/м<sup>3</sup>».

Пункт 3.8.2. Заменить ссылку: ГОСТ 10238—74 на ГОСТ 25336—82.

(Продолжение см. с. 88)

Пункт 3.8.3 изложить в новой редакции:

«3.8.3. Проведение испытания

Исследуемый воздух (пятикратный объем) вытесняют из экскатора воздухо-дувкой со скоростью 0,3 дм<sup>3</sup>/мин в два поглотительных прибора, содержащих по 5 см<sup>3</sup> воды. При применении поглотительных приборов с пористой стеклянной пластинкой скорость отбора воздуха может быть увеличена до 1 дм<sup>3</sup>/мин.

В пробирку вносят 3 см<sup>3</sup> испытуемого раствора. Дальнейшее определение проводят по п. 3.7.3.

Оптическую плотность измеряют так же, как описано в п. 3.7.3.

Для построения градуировочного графика по оси ординат откладывают значение оптической плотности, а по оси абсцисс — массу формальдегида в пробе в миллиграммах».

Пункт 3.9.1. Первый абзац. Заменить слово: «нейтрализация» на «минерализация».

Пункт 3.9.2. Заменить ссылку: ГОСТ 9499—70 на ГОСТ 25336—82.

Приложение дополнить пунктом — 2.1.3:

«2.1.3. Полимеры и сополимеры стирола, предназначенные для изготовления изделий, контактирующих с пищевыми продуктами, питьевой водой, косметическими и лекарственными препаратами, а также для изготовления игрушек, внутренней облицовки и деталей холодильников, не должны придавать водопроводной воде постороннего запаха и привкуса выше 1 балла».

Пункт 4.1. Заменить слово: «ионафтора» на «иона фтора».

(ИУС № 6 1996 г.)