

ГОСТ 15820—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# ПОЛИСТИРОЛ И СОПОЛИМЕРЫ СТИРОЛА

## ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ МОНОМЕРОВ И НЕПОЛИМЕРИЗУЮЩИХСЯ ПРИМЕСЕЙ

Издание официальное

БЗ 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ****ПОЛИСТИРОЛ И СОПОЛИМЕРЫ СТИРОЛА****Газохроматографический метод определения остаточных  
мономеров и неполимеризующихся примесей****ГОСТ  
15820—82**

Polystyrole and copolymers of styrole.  
Gas chromatographic method for determination  
of residual monomers and non-polymerizing  
impurities

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт распространяется на полистирол и сополимеры стирола и устанавливает газохроматографический метод определения содержания остаточных мономеров: стирола, альфа-метилстирола, акрилонитрила, метилметакрилата и неполимеризующихся примесей: этилбензола и изопропилбензола.

Сущность метода заключается в хроматографировании остаточных мономеров и неполимеризующихся примесей в полистирольных пластиках на газовом хроматографе с детектором ионизации в пламени после растворения, анализируемого полимера в соответствующем растворителе.

Качественный состав смеси определяют по относительному времени удерживания каждого компонента на сорбенте по отношению к «внутреннему эталону», количественный — методом «внутреннего эталона» по площадям пиков на хроматограмме.

**1. ОТБОР ПРОБ**

1.1. Пробы для анализа отбирают в соответствии с требованиями нормативно-технической документации на материалы.

1.2. Из объединенной пробы (порошок, гранулы, бисер, пленка, формованные изделия) отбирают 1—2 г анализируемого полимера, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

**2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ**

Хроматограф газовый любого типа, снабженный детектором ионизации в пламени, с пределом обнаружения контрольного вещества 0,001 % с высотой пика не менее 10 мм; устройством для ввода пробы; с регулированием температуры обогрева до 200 °С; термостатом колонок, позволяющим работать в изотермических условиях, и, в случае ускоренного анализа, программированием температуры со скоростью 20—30 °С/мин; колонкой длиной 3 м, диаметром 3—4 мм.

Приставка к хроматографу, представляющая собой трубку из нержавеющей стали, длиной 40 мм, внутренним диаметром 2—3 мм, которая имеет в нижней части резьбу для присоединения к устройству для ввода пробы, в верхней части — приспособление для ввода пробы шприцем и сбоку приспособление для подачи газа-носителя. Приставка снабжена регулируемым обогревом в диапазоне от 50 до 200 °С с точностью регулировки  $\pm 5$  °С. Допускается использовать трубку-вкладыш в устройство для ввода пробы.

Термостат с обогревом до 250 °С.

Лупа ГОСТ 25706 с ценой деления шкалы 0,1 мм для измерения ширины пика; допускается использовать любой измерительный оптический прибор, с той же ценой деления шкалы.

Микрошприц вместимостью 10 мм<sup>3</sup>.

Колба плоскодонная с нормальным шлифом ГОСТ 25336 вместимостью 50—100 см<sup>3</sup>.

Интегратор обработки хроматограмм.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288, х.ч.

Диметилформамид по ГОСТ 20289, х.ч.

Носитель диатомитовый, например, динохром-Н, сферохром-1 и другие подходящие носители с частицами размером 0,200—0,315 мм (допускается использовать носитель и с более мелким зернением).

Неопентилгликольянтарат, ч., или полиэтиленгликольадипинат, ч.д.а.

Раствор *n*-бутилбензола с массовой долей 1 % в четыреххлористом углероде (раствор «внутреннего эталона») для анализа полимеров и ударопрочного полистирола, за исключением эмульсионного.

Раствор *n*-октана с массовой долей 1 % в диметилформамиде (раствор «внутреннего эталона») для анализа сополимеров стирола с метилметакрилатом и акрилонитрилом или без него.

Толуол по ГОСТ 5789, ч.д.а., раствор с массовой долей 1 % в диметилформамиде (раствор «внутреннего эталона») для анализа сополимеров стирола (за исключением сополимеров с метилметакрилатом) и эмульсионного полистирола.

Газ инертный (аргон, азот или гелий) с массовой долей основного вещества не менее 99,8 %; воды — не более  $5 \cdot 10^{-3}$  % и кислорода — не более  $3 \cdot 10^{-3}$  % (ГОСТ 10157, ГОСТ 9293).

Воздух сжатый по ГОСТ 24484.

Водород чистый с массовой долей основного вещества не менее 99,6 %, кислорода — не более  $3 \cdot 10^{-3}$  % по ГОСТ 3022 марка А или высший сорт.

Ткани фильтровальные из стеклянных крученых комплексных нитей по ГОСТ 10146.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Приготовление растворов полимеров или сополимеров

3.1.1. Анализируемый полимер растворяют в 10—20 см<sup>3</sup> соответствующего растворителя в колбе с пришлифованной пробкой вместимостью 50—100 см<sup>3</sup>: полимеры стирола (за исключением эмульсионного) и ударопрочного полистирола — в четыреххлористом углероде; сополимеры стирола и эмульсионного полистирола — в диметилформамиде. Допускается полимеры стирола растворять в диметилформамиде. (В качестве «внутреннего эталона» в этом случае используют толуол).

Растворение полимера проводят при комнатной температуре с помощью встряхивающей машины или магнитной мешалки, или допускается без них, оставляя пробу с растворителем не менее чем на 12 ч. После растворения полимера колбу взвешивают с той же погрешностью.

3.1.2. В раствор полимера вводят растворы «внутренних эталонов»: в раствор стирола (за исключением эмульсионного полистирола) — раствор *n*-бутилбензола с массовой долей 1 % в четыреххлористом углероде; в раствор сополимера стирола (кроме сополимеров с метилметакрилатом) и эмульсионного полистирола — раствор толуола с массовой долей 1 % в диметилформамиде; в раствор сополимера стирола с метилметакрилатом и акрилонитрилом или без него — раствор *n*-октана с массовой долей 1 % в диметилформамиде.

Навески растворов соответствующих «внутренних эталонов» вводят в таком количестве, чтобы концентрация их в растворе полимера или сополимера составляла 0,001—0,3 % (в зависимости от предполагаемого содержания остаточных мономеров в полимерах и сополимерах).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.3. Перед растворением полимера или сополимера растворители необходимо проверить на чистоту, снимая хроматограмму растворителя при указанных ниже условиях анализа. Растворители не должны содержать примесей, пики которых на хроматограмме совпадали бы с пиками определяемых компонентов. В случае отсутствия в растворителях примесей, их необходимо очистить перегонкой, отбирая фракцию, не содержащую примесей, мешающих хроматографированию определяемых компонентов, и снова проверить на чистоту.

#### 3.2. Подготовка приставки хроматографа

Приставку к хроматографу или трубку-вкладыш, заранее промытые ацетоном, заполняют фильтровальной тканью также предварительно промытой ацетоном и высушенной при 100 °С, и присоединяют к хроматографу

После ввода 10—15 проб растворов полимеров или сополимеров фильтровальную ткань заменяют.

Приставку или устройство для ввода проб с трубкой-вкладышем нагревают до 170—180 °С.  
(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.3. Приготовление насадки для колонки хроматографа

Твердый носитель высушивают в термостате при 200 °С в течение 1,5—2 ч. После чего носитель пропитывают неподвижной фазой из расчета 15 г неопентилгликольянтарата (НПГЯ) или полиэтиленгликольадипината (ПЭГА) на 85 г твердого носителя. НПГЯ или ПЭГА растворяют в ацетоне, в полученный раствор для пропитки 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 выпариванием при температуре 40—60 °С, периодически перемешивая насадку (твердый носитель, пропитанный неподвижной фазой), или с помощью вакуума.

### 3.4. Заполнение колонки хроматографа насадкой

Перед заполнением колонку промывают спиртоацетоновой смесью (1:1) в количестве 200 см<sup>3</sup>. Приготовленной насадкой заполняют чистую и сухую колонку хроматографа.

После заполнения колонки насадку сверху закрывают тампоном из фильтровальной ткани и колонку для стабилизации продувают инертным газом не менее 24 ч (до полной стабилизации колонки) в термостате хроматографа, не соединяя колонку с детектором, при 120 °С в течение 5 ч, далее при 180—190 °С. После продувки колонку соединяют с детектором.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 2—10 мм<sup>3</sup> приготовленного раствора полимера с «внутренним эталоном» вводят микрошприцем в приставку хроматографа или трубку-вкладыш, нагретые до 170—180 °С.

4.2. Хроматографирование проводят при следующих условиях:

температура колонки, °С — 110—120 (после выхода из колонки стирола или альфа-метилстирола можно включить программирование температуры со скоростью 20—30 °С/мин до 180 °С для ускорения удаления диметилформамида из колонки);

температура испарителя, °С — 170—180;

скорость потока газа-носителя, см<sup>3</sup>/мин — 50—60;

скорость потока водорода, см<sup>3</sup>/мин — 55;

скорость потока воздуха, см<sup>3</sup>/мин — 500—550;

скорость движения диаграммной ленты выбирается такой, чтобы ширина пика, измеренная на половине его высоты, была не менее 2 мм.

Порядок выхода компонентов из колонки показан на черт. 1—3.

Допускается корректировка условий анализа при использовании хроматографов различных марок.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Количественный расчет хроматограмм производят методом «внутреннего эталона» по площадям пиков компонентов. Площадь пика каждого компонента определяют электронным интегрированием или по формуле

$$S = h \cdot l,$$

где  $S$  — площадь пика, мм<sup>2</sup>;

$h$  — высота пика, мм;

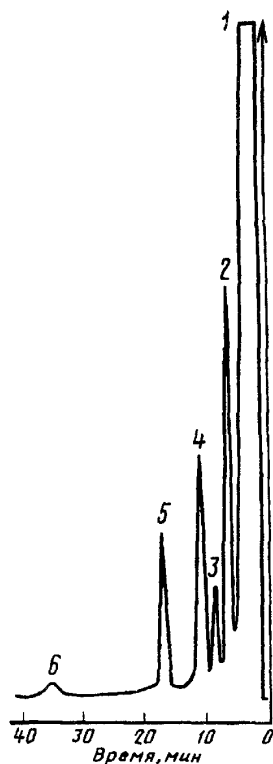
$l$  — ширина пика, измеренная на половине его высоты, мм.

Величину площади пика умножают на соответствующие коэффициенты чувствительности  $K_x$ , вычисленные по формуле

$$K_x = \frac{\text{Молекулярная масса компонента}}{\text{Число атомов углерода} \times 12}.$$

Коэффициент чувствительности «внутреннего эталона» ( $K_0$ ) вычисляют по этой же формуле.

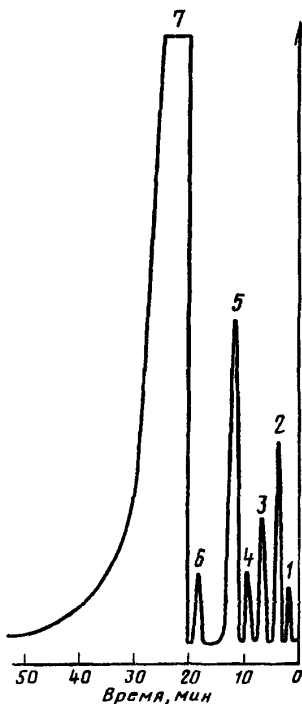
Хроматограмма разделения остаточных мономеров и примесей в полимерах стирола



1 — четырехлористый углерод; 2 — этилбензол; 3 — изопрропилбензол; 4 — стирол; 5 — *n*-бутилбензол («внутренний эталон»); 6 — бензальдегид

Черт. 1

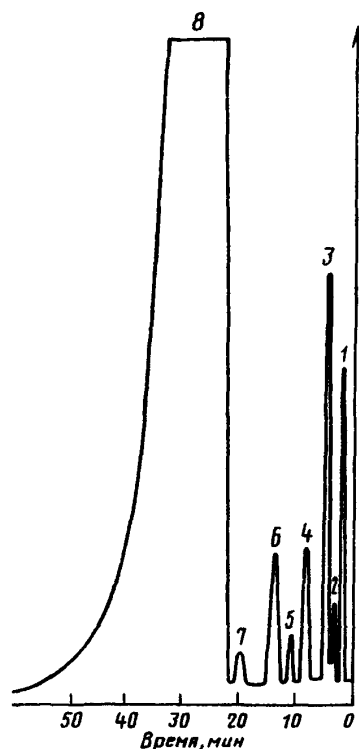
Хроматограмма разделения остаточных мономеров и примесей в сополимерах стирола с акрилонитрилом



1 — акрилонитрил; 2 — толуол («внутренний эталон»); 3 — этилбензол; 4 — изопрропилбензол; 5 — стирол; 6 — альфа-метилстирол; 7 — диметилформамид

Черт. 2

Хроматограмма разделения остаточных мономеров и примесей в сополимерах стирола с акрилонитрилом и метилметакрилатом



1 — *n*-октан («внутренний эталон»); 2 — акрилонитрил; 3 — метилметакрилат; 4 — этилбензол; 5 — изопрропилбензол; 6 — стирол; 7 — альфа-метилстирол; 8 — диметилформамид

Черт. 3

Коэффициенты чувствительности ( $K_x$ ) равны: акрилонитрила — 1,47; метилметакрилата — 2,09; *n*-октана — 1,19. Для стирола, альфа-метилстирола, этилбензола, изопрропилбензола, бензальдегида, толуола и *n*-бутилбензола  $K_x$  принят равным 1.

Массовую долю каждого остаточного мономера и неполимеризующейся примеси в полимере или сополимере ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{S_x \cdot X_3 \cdot K_x \cdot m}{S_3 \cdot K_3 \cdot m_1},$$

где  $S_x$  — площадь пика определяемого мономера или неполимеризующейся примеси, мм<sup>2</sup>;

$S_3$  — площадь пика соответствующего «внутреннего эталона», мм<sup>2</sup>;

$X_3$  — концентрация соответствующего «внутреннего эталона» в растворе полимера или сополимера, %;

$K_x$  — коэффициент чувствительности на определяемый мономер или неполимеризующуюся примесь;

$K_3$  — коэффициент чувствительности на соответствующий «внутренний эталон»;

$m$  — масса раствора полимера или сополимера с «внутренним эталоном», г;

$m_1$  — масса полимера или сополимера, г.

5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать: при содержании десятых долей процента каждого компонента 0,03 %, при содержании сотых долей процента — 0,003 %, при содержании тысячных долей процента — 0,0005 %. Средняя относительная погрешность определения при содержании сотых долей процента мономера не должна превышать 10 %.

5.3. Метод дает возможность определить тысячные доли процента остаточных мономеров и неполимеризующихся примесей в полимерах и сополимерах стирола.

5.4. Протокол испытания должен содержать:

наименование продукта, его обозначение, сорт или марку и обозначение стандарта на продукт;  
результат испытания;  
обозначение настоящего стандарта;  
дату испытания.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

В.В. Консетов, Г.С. Попова, М.С. Клещева, И.В. Бардина, Н.Е. Шадрин

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.07.82 № 2756

## 3. Стандарт соответствует стандарту ИСО 2561—74 в части определения стирола

## 4. ВЗАМЕН ГОСТ 15820—70

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 2603—79	Раздел 2	ГОСТ 20288—74	Раздел 2
ГОСТ 3022—80	То же	ГОСТ 20289—74	То же
ГОСТ 5789—78	»	ГОСТ 24484—80	»
ГОСТ 9293—74	»	ГОСТ 25336—82	»
ГОСТ 10146—74	»	ГОСТ 25706—83	»
ГОСТ 10157—79	»		

## 6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

## 7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1987 г. (ИУС 2—88)

Редактор Р С Федорова  
Технический редактор Н С Гришанова  
Корректор О В Ковш  
Компьютерная верстка В И Грищенко

Изд лиц №021007 от 10 08 95 Сдано в набор 08 04 99 Подписано в печать 28 04 99 Усл печ л 0,93 Уч -изд л 0,70  
Тираж 139 экз С2716 Зак 369

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов - тип "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6  
ЦД № 080002