

22019-85



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

# КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО СТИРОЛА  
И  $\alpha$ -МЕТИЛСТИРОЛА

ГОСТ 22019-85

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

К

**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  $\alpha$ -метилстиролаSynthetic rubbers. Method for determination  
of free styrene and  $\alpha$ -methyl styreneГОСТ  
22019-85Взамен  
ГОСТ 22019-76

ОКСТУ 2294

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая  
1985 г. № 1480 срок действия установленс 01.01.86  
до 01.01.91*Несоблюдение стандарта преследуется по закону*

Настоящий стандарт устанавливает хроматографический метод определения свободного стирола и  $\alpha$ -метилстирола в бутадиенстирольных и бутадиенметилстирольных каучуках и термоэластопластиках (далее—полимерах).

Сущность метода заключается в экстрагировании стирола и  $\alpha$ -метилстирола из полимера этиловым спиртом, концентрировании экстракта с последующим хроматографическим определением стирола и  $\alpha$ -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 ионизационно-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 см<sup>3</sup>.

Колба круглодонная по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup>.

Фиалетка градуированная по ГОСТ 20292—74, вместимостью 2 и 20 см<sup>3</sup>.

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 хлоридный по ГОСТ 4233—77, концентрированный раствор.

Носитель твердый: цвстохром, диоксид II, хроматон А, 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/см<sup>3</sup> (раствор «внутреннего стандарта» для определения свободного стирола).

Раствор мезитилена в циклогексане концентрации 0,001—0,002 г/см<sup>3</sup> (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.

### 1. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Приготовление сорбента

Твердый носитель в объеме, превышающем на 10—15% расчетный объем колонки, помещают в круглодонную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Полиэтиленгликоль в количестве 15% от массы твердого носителя растворяют в 30—40 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup> /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 см<sup>3</sup> 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

$$K = \frac{S_{ст} \cdot C_{\alpha}}{S_{\alpha} \cdot C_{ст}}$$

где  $S_{\alpha}$ ,  $S_{ст}$  — площади пиков определяемого стирола (α-метилстирола) и «внутреннего стандарта», мм<sup>2</sup>;

$C_{\alpha}$ ,  $C_{ст}$  — 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 см<sup>3</sup>, пипеткой приливают 20 см<sup>3</sup> этилового спирта и 2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>. Содержимое колбы доводят до метки концентрированным раствором хлористого натрия.

Хроматограмма  
свободного  
 $\alpha$ -метилстирола



1—растворитель; 2—метил-  
ден «внутренний стандарт»;  
3—метилстирол

Черт 1

Хроматограмма  
свободного стирола



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

Черт 2

#### 4.2. Определение свободного $\alpha$ -метилстирола

Мелко нарезанный полимер в количестве (1,0000  $\pm$  0,0002) г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, запечатывают и добавляют 20 см<sup>3</sup> этилового спирта и 2 см<sup>3</sup> раствора «внутреннего стандарта».

Колбу присоединяют к воздушному холодильнику и помещают на песчаную баню. Экстрагируют 30 мин, экстракт переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. В колбу с полимером добавляют 20 см<sup>3</sup> 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 ( $\alpha$ -метилстирола) в полимере ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $S_x$ ,  $S_{ст}$  — площади пиков определяемого мономера и «внутреннего стандарта», мм<sup>2</sup>;

$m_{ст}$  — 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, допустимые 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 Подл. и 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, Новооресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 735

---

Изменение № 1 ГОСТ 22019—85 Каучуки синтетические. Метод определения свободного стирола и  $\alpha$ -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.)