ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЛИВИНИЛХЛОРИД

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВЕЩЕСТВ, ЭКСТРАГИРУЕМЫХ МЕТАНОЛОМ ИЛИ ДИЭТИЛОВЫМ ЭФИРОМ

> FOCT 24947-81 (CT C3B 1943-79)

Издание официальное

Цена 3 коп.

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности ИСПОЛНИТЕЛИ

Б. В. Дедков, А. И. Кириллов, Т. С. Молова, В. Д. Карагодина, М. И. Котрушева

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член коллегии В. Ф. Ростунов

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного Комитета по стандартам от 17 сентября 1981 г. № 4263

поливинилхлорид

Мотод определения содержания веществ, экстрагируемых метанолом или диэтиловым эфиром

Polyvinylchloride Method for determination of the content of substances extracted with methanol or ethyl ether ГОСТ 24947—81 (СТ СЭВ 1943—79)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 сентября 1981 г. № 4263 срок действия установлен

e 01.01 1982 r.

Несоблюдение стандарта преспедуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на поливинилхлорид и устанавливает метод определения содержания веществ, экстрагируемых метанолом или диэтиловым эфиром.

Сущность метода заключается в экстрагировании пробы порошка поливинилхлорида метанолом или диэтиловым эфиром в аппарате Сокслета и последующем определении массы сухого остатка в процентах.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1943-79.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

 Экстрактор вместимостью 100 см⁵ с экстракционной насадкой для патрона, обратным холодильником и одногорлой крус-

лодонной колбой вместимостью 250 см3 (черт. 1-2).

Патрон экстракционный из фильтровальной бумаги диаметром от 30 до 37 мм и высотой от 90 до 100 мм или стеклянный с пористым дном днаметром от 30 до 37 мм, высотой 90 мм, который допускается применять, если частицы экстрагируемой пробы не проходят через пористое дно.

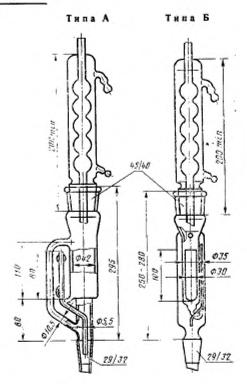
Баня водяная с электрическим или другим обогревом или кол-

бонагреватель с терморегулятором.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру (105±2)°С.

Эксикатор по ГОСТ 6371-73.

Кусочки неглазированного фарфора,



Черт. 1

Черт. 2

Вата по ГОСТ 5556—75.

Метанол по ГОСТ 6995-77, ч.д.а.

Эфир диэтиловый.

При применении стандарта в народном хозяйстве допускается применять в качестве экстрагента этиловый спирт по ГОСТ 11547—80, а экстракционный патрон из фильтровальной бумаги — помещать в мещочек из бязи.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

 Новые патроны и вату предварительно экстрагируют в экстракторе Сокслета в течение 4 ч и высушивают при 80°С до постоянной массы. 2.2. В экстракционный датрон помещают около 15 г поливинилклорида, взвешенного с погрешностью не более 0,001 г. Допускается использовать навеску не менее 10 г. Навеску в экстракционном патроне закрывают маленькой пробкой из ваты для того, чтобы предотвратить вымывание пробы во время экстрагирования.

2.3. Экстракционный патрон помещают в экстрактор Сокслета.
2.4. Сухую экстракционную колбу с кусочками неглазированного фарфора взвешивают и помещают в нее 180—200 см³ экстра-

гента.

Колбу соединяют с экстракционной насадкой. Сборку шлифов осуществляют без применения смазки.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Экстрагирование осуществляют в течение 8 ч при следующих скоростях:

не менее 8 циклов в течение 1 ч при экстрагировании метано-

или не менее 18 циклов в течение 1 ч при экстрагировании ди-

этиловым эфиром. Экстрагирование при применении этилового спирта осуществляют по режиму, указанному в таблице.

Тип экстрактора	Навеска полимера, г	Время проведения экстранции, ч	Скорость проведения экстракции, цика/ч
А (черт. 1)	Около 3	12	5 9-10
Б (черт. 2)	» 10	6	

3.2. После окончания экстрагирования колбу с экстрактом присоединяют к аппаратуре для перегонки (без применения смазки на шлифах), отгоняют экстрагент.

 Остаток с колбой высушивают в сушильном шкафу около 4 ч при температуре (105±2)°С до постоянной массы. Перед суш-

кой внешнюю поверхность колбы протирают.

3.4. После охлаждения в эксикаторе в течение 1 ч колбу с полученным сухим остатком взвешивают с погрешиостью не более 0.001 г.

3.5. Допускается после отгонки растворителя до 20 см³ содержимое колбы количественно перенести в предварительно высущенную и взвешенную выпарную чашку. После этого колбу три раза ополаскивают 5 см³ чистого растворителя, который присоединяют к экстракту. Содержимое выпарной чашки высушивают при (105±2)°С до постоянной массы и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

 4.1, Массовую долю экстрагируемых веществ (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса колбы или выпарной чашки с кусочками фарфова. r:

т₂ — масса колбы или выпарной чашки с сухим остатком и кусочками фарфора, г;

т — масса навески поливинилхлорида, г.

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений из одной пробы.

Если при массовой доле экстрагируемых веществ более 0,5%, допускаемое расхождение между определениями более чем 5% от наименьшего результата и при массовой доле менее 0,5% экстрагируемых веществ — 10% от наименьшего результата, определение повторяют.

4.3. Протокол испытания должен содержать следующие дан-

ные:

наименование предприятия-изготовителя;

наименование материала и номер партии;

наименование экстрагента;

результаты испытаний и их среднее арифметическое;

дату испытания;

обозначение настоящего стандарта.

Редактор Л. С. Пшеничная Технический редактор А. Г. Каширин Корректор Е. И. Евтеева

Сдано в наб. 15.10.81 Подп. к печ. 18.12.81 0,5 п. л. 0,26 уч. изд. л. Тир. 10000 Цена 3 коп. Ордева «Завк Почета» Издательство стандартов, 123667, Москва, Новопресвенняй пер., 3. Камужская типография стандартов, ул. Москвасная, 256, 3ак. 2721