
**Пластики армированные на основе
ненасыщенных полиэфирных смол.
Определение содержания остаточного
мономера стирола, а также других
летучих ароматических углеводородов
с помощью газовой хроматографии**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standard)

*Reinforced plastics based on unsaturated-polyester resins —
Determination of the residual styrene monomer content, as well as the
content of other volatile aromatic hydrocarbons, by gas chromatography*

ISO 4901:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3850ab8e-68df-4ec4-8a4a-b6bf35f9ae29/iso-4901-2011>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 4901:2011(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4901:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3850ab8e-68df-4ec4-8a4a-b6bf35f9ae29/iso-4901-2011>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2011

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	1
5 Материалы	2
6 Аппаратура.....	2
7 Приготовление образца	3
8 Методика	3
8.1 Общие положения	3
8.2 Приготовление экстракционного растворителя	3
8.3 Приготовление испытуемого раствора	3
8.4 Определение содержания стекловолокна и минерального наполнителя.....	3
8.5 Приготовление калибровочных растворов	4
8.6 Методика газовой хроматографии.....	4
9 Выражение результатов	6
9.1 Расчет результатов по калибровочному графику.....	6
9.2 Расчет содержания стирола (или другого ароматического углеводорода) в исходном образце UP смолы.....	7
9.3 Расчет содержания стирола (или другого ароматического углеводорода) в чистой UP смоле.....	8
10 Протокол испытания.....	8
Приложение А (информативное) Типичные рабочие условия.....	9

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 4901 разработан Техническим комитетом ISO/TC 61, *Пластмассы*, Подкомитетом SC 12, *Терморезистивные материалы*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 4901:1985), которое подверглось техническому пересмотру (относительно подробностей см. Введение).

Введение

За 25 лет с момента публикации первого издания ISO 4901:1985, был достигнут значительный прогресс в аналитических методиках, например, газовой хроматографии. Поэтому данный стандарт был подвергнут полному пересмотру. Были сделаны следующие основные изменения:

- a) Кроме метода газовой хроматографии первое издание ISO 4901 включало, в качестве альтернативного, классический метод Виха на основе йодометрического титрования. Этот метод был включен в первое издание для лабораторий, в которых нет возможности осуществлять газовую хроматографию. Поскольку в настоящее время хроматография является распространенным аналитическим методом, метод Виха был исключен из стандарта.
- b) Как правило, наполненные газохроматографические колонки заменялись на капиллярные колонки, которые эксплуатируются при совершенно других условиях. Поэтому в пересмотренном методе испытания используются только капиллярные колонки.
- c) Кроме того, область применения газохроматографического метода была расширена за счет определения не только стирола, но также и других ароматических углеводородов, которые могут использоваться как растворители или исходные материалы в производстве ненасыщенных полиэфирных смол.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4901:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3850ab8e-68df-4ec4-8a4a-b6bf35f9ae29/iso-4901-2011>

Пластики армированные на основе ненасыщенных полиэфирных смол. Определение содержания остаточного мономера стирола, а также других летучих ароматических углеводородов с помощью газовой хроматографии

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Лица, использующие настоящий документ, должны знать обычную лабораторную практику. В этом стандарте не ставится цель решить все проблемы безопасности, связанные с его применением. Пользователь этого стандарта сам несет ответственность за принятие соответствующих мер по безопасности и охране здоровья, а также за обеспечение соответствия требованиям любых регламентов.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения содержания остаточного мономера стирола в армированных пластиках на основе полимеризованных ненасыщенных полиэфирных смол (UP) с помощью газовой хроматографии. Содержание остаточного мономера стирола является важным критерием для оценки степени отверждения полимеризованных UP смол. Данный метод также применяется для одновременного определения содержания других летучих ароматических углеводородов в UP смолах.

Метод не применим к UP смолам с высокой химической стойкостью.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3850ab8e-68df-4ec4-8a4a-b6bf35f9ae29/iso-4901-2011>

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 472, *Пластмассы. Словарь*

ISO 1172, *Стеклопластики. Препреги, формовочные массы и слоистые материалы. Определение содержания стекловолокна и минеральных наполнителей. Методы сжигания*

3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются термины и определения, приведенные в ISO 472.

4 Принцип

Стирол экстрагируют из полимеризованной UP смолы при помощи дихлорметана. Содержание стирола в экстракте определяют методом газовой хроматографии, используя внутренний стандарт и калибровочный график.

5 Материалы

5.1 *n*-Бутилбензол, аналитического качества, используемый в качестве внутреннего стандарта.

5.2 Дихлорметан, аналитического качества, используемый в качестве экстракционного растворителя.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Дихлорметан вреден для здоровья при глотании, вдыхании или впитывании через кожу. Он поражает центральную нервную систему, печень, сердечно-сосудистую систему и кровь. Он вызывает раздражение кожи, глаз и дыхательных путей. Предполагают также, что он имеет канцерогенное воздействие, причем риск развития рака зависит от уровня и продолжительности его воздействия.

ПРИМЕЧАНИЕ Ввиду токсичности и предполагаемых канцерогенных свойств дихлорметана в качестве его заменителей исследуют ацетон и этилацетат. Если результаты этого исследования окончательно подтвердят пригодность либо одного, либо обоих этих растворителей, то данный международный стандарт будет соответствующим образом пересмотрен.

5.3 Стирол, аналитического качества, и, при необходимости, **другие ароматические углеводороды**, например, толуол, этилбензол и α -метилстирол, также аналитического качества.

ПРИМЕЧАНИЕ Считают, что ароматический углеводород подходит для данного определения в том случае, если он используется как растворитель или исходный материал в процессе производства UP смол.

5.4 Газ-носитель и топливные газы для пламенно-ионизационного детектора (FID):

— газ-носитель: гелий или азот;

— FID топливные газы: водород и воздух.

6 Аппаратура

Используется обычная лабораторная аппаратура и требуется следующее оборудование:

6.1 Режущее устройство, оборудованное охлаждаемым водой алмазным лезвием, для нарезания из UP смол полосок шириной 1 мм – 2 мм.

6.2 Газовый хроматограф, оборудованный следующими компонентами:

6.2.1 Отверстие для ввода пробы, снабженное делителем, используемое для жидких образцов.

6.2.2 Капиллярная колонка, например, соответствующая требованиям, приведенным в Приложении А.

6.2.3 Пламенно-ионизационный детектор (FID).

Типичная настройка прибора и типичные рабочие условия приводятся в Приложении А. Могут использоваться другие настройки и рабочие условия при условии, что полученные хроматограммы соответствуют требованиям, приведенным в 8.6.1.

6.3 Процессор для обработки данных, например, компьютер (или эквивалентное устройство) для записи сигналов от детектора.

6.4 Шприц для ввода проб, например, микрошприц вместимостью 1 мкл, либо как отдельный предмет, либо встроенный в автодозатор газового хроматографа.

6.5 Аналитические весы, с точностью до 0,1 мг.

7 Приготовление образца

Могут использоваться куски полимеризованной UP смолы любой формы, из которых можно нарезать полоски шириной 1 мм – 2 мм. Из полимеризованных кусков нарезают полоски шириной 1 мм – 2 мм. Сушат полоски и измельчают их на кусочки длиной приблизительно 10 мм. Во время резки и сушки избегают любой операции, которая может оказать воздействие на содержание стирола и/или других летучих углеводородов.

8 Методика

8.1 Общие положения

Необходимо проанализировать по три пробы для анализа от образца (см. Раздел 7).

Во время процессов приготовления, разбавления и экстрагирования, описанных ниже, температура всех растворов должна оставаться ≤ 25 °C.

8.2 Приготовление экстракционного растворителя

Взвешивают (250 ± 50) мг *n*-бутилбензола (5.1) с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 1 000 мл, содержащую приблизительно 500 мл дихлорметана (5.2). Доводят до метки дихлорметаном (см. следующий параграф) и перемешивают.

Альтернативно, можно использовать ацетон (см. Примечание к 5.2) вместо дихлорметана при условии, что полученные результаты будут эквивалентны результатам, полученным с дихлорметаном. В случае разногласий должен использоваться дихлорметан.

8.3 Приготовление испытуемого раствора

Взвешивают с точностью до 0,1 мг в конической колбе вместимостью 50 мл пробу для анализа, размер которой зависит от предполагаемого содержания мономера стирола (см. Таблицу 1). Добавляют 15,00 мл экстракционного растворителя (см. 8.2), закрывают колбу подходящей пробкой и оставляют суспензию постоять в течение 15 ч – 20 ч, периодически встряхивая.

После встряхивания в последний раз оставляют колбу для осаждения осадка. Отстоявшийся раствор используют для впрыскивания в газовый хроматограф.

Таблица 1 — Размер пробы для анализа в зависимости от предполагаемой концентрации мономера стирола

Предполагаемая концентрация мономера стирола % по массе	Размер пробы для анализа мг
$\leq 0,5$	1 000
$> 0,5$, но ≤ 1	500
> 1 , но $\leq 1,5$	250
$> 1,5$, но ≤ 3	150
> 3	100

8.4 Определение содержания стекловолокна и минерального наполнителя

Если содержание стирола или другого ароматического углеводорода должно рассчитываться на основе содержания смолы в UP смоле, содержащей стекловолокно и/или минеральный наполнитель, прокалывают часть образца (см. Раздел 7) в соответствии с ISO 1172 и определяют содержание стекловолокна, наполнителя или того и другого соответственно.

8.5 Приготовление калибровочных растворов

8.5.1 Общие положения

Диапазон концентраций калибровочных растворов, которые необходимо приготовить, зависит от предполагаемого содержания стирола в образце и предполагаемого содержания любого другого ароматического углеводорода, подлежащего определению, а также от размера отобранной пробы для анализа (см. Таблицу 1). Для каждого ароматического углеводорода, подлежащего определению, необходимо приготовить серию калибровочных растворов.

8.5.2 Приготовление основного раствора стирола

Взвешивают (250 ± 10) мг стирола (см. 5.3) с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 250 мл, содержащую 100 мл экстракционного растворителя (см. 8.2). Доводят до метки экстракционным растворителем и перемешивают.

Используя ту же самую методику, готовят основные растворы любого другого ароматического углеводорода, подлежащего определению.

8.5.3 Приготовление калибровочных растворов

Готовят по меньшей мере пять различных калибровочных растворов в соответствии со схемой разбавления, приведенной в Таблице 2, отбирая указанный объем основного раствора в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводя до метки экстракционным растворителем (см. 8.2) и перемешивая.

Таблица 2 — Схема приготовления калибровочных растворов

Концентрация стирола в калибровочном растворе ^a мг/л	Объем отобранного основного раствора мл	Используемая мерная колба мл
0	Неразбавленный экстракционный растворитель (см. 8.2)	
$0,02 \times m_a$	0,25	50
$0,08 \times m_a$	1	50
$0,2 \times m_a$	2,5	50
$0,4 \times m_a$	5	50
$0,8 \times m_a$	10	50
$1,2 \times m_a$	15	50
$1,6 \times m_a$	20	50
$2 \times m_a$	25	50

^a m_a — фактическая масса стирола, в миллиграммах, взвешенного в 8.5.2.

8.6 Методика газовой хроматографии

8.6.1 Рабочие условия для газовой хроматографии

Важно, чтобы условия проведения газовой хроматографии обеспечивали достаточное разделение стирола и других элюируемых соединений. Поэтому полученные хроматограммы должны удовлетворять следующему требованию. Степень разделения пиков R_e между целевыми пиками (т.е. пиками, соответствующими стиrolу, любому другому определяемому ароматическому углеводороду и внутреннему стандарту) и пиками, соответствующими компонентам, которые появляются непосредственно до или непосредственно после целевых пиков, должна быть более 1,5.