

---

---

**Пластмассы. Определение содержания  
остаточного мономера стирола в  
полистироле (PS) и ударопрочном  
полистироле (PS-I) с помощью газовой  
хроматографии**

*Plastics — Determination of residual styrene monomer in polystyrene (PS)  
and impact-resistant polystyrene (PS-I) by gas chromatography*  
(standards.iteh.ai)

ISO 2561:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af3297c6-37fb-4001-b84c-c038d6998196/iso-2561-2012>

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



Ссылочный номер  
ISO 2561:2012(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 2561:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af3297c6-37fb-4001-b84c-c038d6998196/iso-2561-2012>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2012

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 или IDF, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже.

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

|  |           |
|--|-----------|
| Предисловие .....  | iv        |
| <b>1 Область применения .....</b>  | <b>1</b>  |
| <b>2 Нормативные ссылки .....</b>  | <b>1</b>  |
| <b>3 Термины и определения .....</b>   | <b>1</b>  |
| <b>4 Сущность метода .....</b>   | <b>1</b>  |
| <b>5 Реактивы и материалы.....</b>   | <b>1</b>  |
| 5.1 Внутренний стандарт .....  | 1         |
| 5.2 Растворитель.....  | 1         |
| 5.3 Осаждающее вещество .....  | 2         |
| 5.4 Ароматические углеводороды .....   | 2         |
| 5.5 Газы-носители и горючие газы для газовой хроматографии.....  | 2         |
| <b>6 Аппаратура.....</b>   | <b>2</b>  |
| 6.1 Общие положения.....   | 2         |
| 6.2 Газовый хроматограф.....   | 2         |
| 6.3 Прибор для обработки данных .....  | 2         |
| 6.4 Шприц для ввода проб .....   | 2         |
| 6.5 Аналитические весы .....   | 2         |
| 6.6 Мерные колбы .....   | 2         |
| <b>7 Приготовление пробы .....</b>   | <b>3</b>  |
| <b>8 Проведение испытания .....</b>  | <b>3</b>  |
| 8.1 Общие положения.....   | 3         |
| 8.2 Приготовление раствора внутреннего стандарта .....   | 3         |
| 8.3 Приготовление раствора пробы для метода А .....  | 3         |
| 8.4 Приготовление раствора пробы для метода В .....  | 3         |
| 8.5 Приготовление градуировочных растворов .....   | 3         |
| 8.6 Газохроматографический анализ.....   | 4         |
| <b>9 Обработка результатов .....</b>   | <b>6</b>  |
| 9.1 Расчет результатов по градуировочной кривой.....   | 6         |
| 9.2 Приемлемость результатов и чувствительность измерений.....   | 7         |
| <b>10 Протокол испытания.....</b>  | <b>7</b>  |
| <b>Приложение А (информативное) Обычные условия проведения анализа .....</b>   | <b>9</b>  |
| <b>Приложение В (информативное) Корреляция между массой ароматического углеводорода в градуировочном растворе и концентрацией ароматического углеводорода в растворе пробы для типичных градуировочных растворов, используемых в методе А и методе В .....</b> | <b>15</b> |
| <b>Библиография.....</b>   | <b>16</b> |

## 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, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в этой работе. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что, возможно, некоторые элементы данной части ISO 1628 могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

Международный стандарт ISO 2561 разработан Техническим комитетом ISO/TC 61, *Пластмассы*, Подкомитетом SC 9, *Термопластические материалы*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 2561:2006) после технического пересмотра. Добавлено второе условие анализа (методом хроматографии на открытой капиллярной колонке с пористым слоем сорбента на стенках) — применение в качестве растворителя тетрагидрофурана.

# Пластмассы. Определение содержания остаточного мономера стирола в полистироле (PS) и ударопрочном полистироле (PS-I) с помощью газовой хроматографии

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения остаточного мономера стирола в полистироле (PS) и ударопрочном полистироле (PS-I) с помощью газовой хроматографии. Его можно также использовать для одновременного определения других летучих ароматических углеводородов в PS и PS-I.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие документы являются обязательными при использовании данного стандарта. Для датированных документов, допускаются к использованию только указанное издание. Для недатированных документов – последнее издание указанного документа (включая любые поправки).

ISO 472, *Пластмассы. Словарь*

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины и определения, приведенные в ISO 472.

## 4 Сущность метода

Образец полимера растворяют в растворителе, который для полистирола содержит внутренний стандарт. Вводят либо небольшой объем раствора полимера непосредственно в газовый хроматограф (метод А), либо небольшой объем надосадочной жидкости, остающейся после осаждения полимера в результате добавления вещества для осаждения (метод В), чтобы получить разделение стирола и других летучих материалов. Метод А простой и имеет практически такую же точность, как метод В. В то же время, существует возможность загрязнения дозатора полимером и олигомерами со временем, что ведет к ошибочным результатам.

## 5 Реактивы и материалы

### 5.1 Внутренний стандарт

Внутренний стандарт должен выбираться с учетом времени удерживания материалов, содержащихся в образце полимера, и растворителя. Рекомендуется применять *n*-бутилбензол, циклопентанол, 1,2,4-триметилбензол и 1,4-диметилбензол достаточной чистоты для аналитических исследований.

### 5.2 Растворитель

Используют диметилформамид, битанон, дихлорметан или тетрагидрофуран аналитической чистоты. Тетрагидрофуран используется только в методе А.

### 5.3 Осаждающее вещество

Используют 2,2,4-триметилпентан или этанол аналитической чистоты.

### 5.4 Ароматические углеводороды

Используют стирол аналитической чистоты и (если требуется) другие ароматические углеводороды, такие как этилбензол, кумол или  $\alpha$ -метилстирол. Стирол должен давать прозрачную смесь при смешивании с этанолом в равных объемах.

### 5.5 Газы-носители и горючие газы для газовой хроматографии

В качестве газа-носителя используют гелий или азот. В качестве горючих газов используют водород и воздух.

## 6 Аппаратура

### 6.1 Общие положения

Требуется обычное лабораторное оборудование, а также следующее. Обычные рабочие условия описаны в Приложении А.

### 6.2 Газовый хроматограф

**6.2.1 Инжектор:** Используют инжектор для жидких проб. При использовании открытой капиллярной колонки с пористым сорбентом на стенках (далее называемой *колонка ОТ*), можно применять инжектор с делителем потока.

**6.2.2 Колонка:** Диаметр и длина колонки, также как материал набивки и жидкая фаза, должны выбираться, исходя из разрешающей способности колонки и линейности калибровочной кривой. Можно использовать как набивные, так и ОТ колонки. Колонки ОТ рекомендуется применять ввиду точности.

**6.2.3 Детектор:** Используют водородный пламенно ионизационный детектор (FID).

### 6.3 Прибор для обработки данных

Используют записывающее устройство или микрокомпьютер для записи сигналов детектора.

### 6.4 Шприц для ввода проб

Используют микрошприц вместимостью от 1 мкл до 50 мкл. Можно также пользоваться микрошприцем, образующим часть автоматического дозатора.

### 6.5 Аналитические весы

Требуются весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,1 мг.

### 6.6 Мерные колбы

Мерные колбы стандартизованы по ISO 1042.

## 7 Приготовление пробы

Пробу можно отбирать от материала в форме порошка, гранул или литых заготовок. Чтобы обеспечить желаемую точность массы пробы, большие куски в пробе необходимо измельчить.

## 8 Проведение испытания

### 8.1 Общие положения

В процессах растворения, описанных ниже, температура каждого раствора должна оставаться ниже 25 °С.

### 8.2 Приготовление раствора внутреннего стандарта

Берут навеску 200 мг внутреннего стандарта (5.1), с точностью до 1 мг, в мерную колбу вместимостью 1 000 мл (6.6). Затем добавляют растворитель (5.2), доводя объем точно до 1 000 мл, плотно закупоривают и тщательно перемешивают.

### 8.3 Приготовление раствора пробы для метода А

Берут навеску 0,5 г пробы, с точностью до 1 мг, в мерную колбу (6.6) вместимостью от 25 мл до 100 мл. С помощью шприца или пипетки добавляют 20 мл раствора внутреннего стандарта, приготовленного в 8.2. Затем плотно закупоривают и тщательно перемешивают до полного растворения.

### 8.4 Приготовление раствора пробы для метода В

Берут навеску 0,5 г пробы, с точностью до 1 мг, в мерную колбу (6.6) вместимостью от 50 мл до 100 мл..

С помощью шприца или пипетки добавляют 20 мл раствора внутреннего стандарта, приготовленного в 8.2. Затем плотно закупоривают и растворяют пробу (встряхивают при необходимости). После полного растворения пробы пипеткой добавляют 10 мл осаждающего вещества (5.3). После энергичного встряхивания дают осадку отстояться. Надосадочную жидкость используют для ввода в газовый хроматограф с помощью микрошприца (6.4).

### 8.5 Приготовление градуировочных растворов

#### 8.5.1 Общие положения

Диапазон концентраций, который можно анализировать на газовом хроматографе, используя метод с применением внутреннего стандарта, определяется количествами измеряемых стирола и других ароматических углеводородов и разбавлениями (см. Таблицу 1). Для каждого подлежащего анализу ароматического углеводорода готовят серию градуировочных растворов. Эти растворы держат для ввода в газовый хроматограф.

#### 8.5.2 Градуировочные растворы для метода А

Берут, как минимум, четыре навески с точностью до 0,1 мг и помещают в отдельные мерные колбы (6.6) (объем колб см. в Приложении В) массой, соответствующей указанной в Таблице 1, стирола и, при необходимости, других ароматических углеводородов, например, этилбензола, кумола или  $\alpha$ -метилстирола. Добавляют раствор внутреннего стандарта (8.2) в каждую колбу, растворяют и доводят до метки раствором внутреннего стандарта.

#### 8.5.3 Градуировочные растворы для метода В

Отмеряют с точностью до 1 мл, 1 000 мл раствора внутреннего стандарта (8.2) в колбу вместимостью 2 000 мл. Затем добавляют 500 мл осаждающего вещества (5.3), плотно закупоривают и тщательно перемешивают (этот раствор далее называют раствором осадителя).

Берут, как минимум, четыре навески с точностью до 0,1 мг и помещают в отдельные мерные колбы (6.6) вместимостью 1000 мл массой, соответствующей указанной в Таблице 1, стирола и, при необходимости, других ароматических углеводородов, например, этилбензола, кумола или  $\alpha$ -метилстирола. Добавляют раствор осадителя в каждую колбу, растворяют и доводят до метки раствором осадителя.

**ПРИМЕЧАНИЕ** В целях безопасности и по экономическим причинам в некоторых случаях удобнее использовать вместо колбы вместимостью 2 000 мл удобнее использовать стеклянную емкость меньшего размера.

**Таблица 1 — Корреляция между массой ароматического углеводорода в градуировочном растворе и концентрацией ароматического углеводорода в растворе пробы**

| Масса ароматического углеводорода в 1 000 мл градуировочного раствора | Соответствующая массовая доля ароматического углеводорода в растворе пробы (проба = 0,5 г полистирола) |
|---|--|
| мг  | мкг/г  |
| 2,5   | 100  |
| 5,0   | 200  |
| 10,0  | 400  |
| 20,0  | 800  |
| 25,0  | 1 000  |
| 50,0  | 2 000  |

## 8.6 Газохроматографический анализ

### 8.6.1 Рабочие условия проведения газового хроматографического анализа

Выбирают условия анализа, растворитель и внутренний стандарт, чтобы получить хорошее разделение стирола и других элюируемых материалов. Если сложно разделить пик, соответствующий внутреннему стандарту, и пик, соответствующий искомому компоненту, исключая стирол, при анализе используют метод стандартных добавок. Если сложно разделить пик, соответствующий внутреннему стандарту, и пики, соответствующие примесям, увеличивают концентрацию внутреннего стандарта до уровня, при котором пики, получаемые за счет примесей, становятся пренебрежимо малыми.

Получают хроматограмму, удовлетворяющую следующим требованиям. Разрешение  $R_e$  между пиками, соответствующими стиролу, внутреннему стандарту и другим ароматическим углеводородам (таким как этилбензол, кумол или  $\alpha$ -метилстирол) и пиками, соответствующими искомым компонентам, появляющимся непосредственно перед или сразу после вышеупомянутых, должно быть больше 1,0, предпочтительно 1,5, если возможно. Разрешение  $R_e$  между двумя пиками одинаковой площади определяется следующим образом:

$$R_e = 2(t_2 - t_1)/(W_1 + W_2)$$

где

$t_1$  и  $t_2$  время удерживания для этих двух пиков;

$W_1$  и  $W_2$  соответственно ширина этих пиков.

Газохроматографические условия выбирают так, чтобы выполнить вышеуказанные требования. Ниже описаны репрезентативные условия, а более подробно условия для каждого метода и колонка описаны в Приложении А.



|                                |   |
|--------------------------------|---|
| Колонка:                       | Обычно типовая металлическая, стеклянная или кварцевая капиллярная.   |
| Набивная колонка:              | Наполняют имеющимся в продаже материалом и дают достаточно времени на стабилизацию перед применением.   |
| Колонка ОТ:                    | Выбирают имеющуюся в продаже колонку ОТ, внутренние стенки которой покрыты подходящей стационарной фазой и дают достаточно времени на стабилизацию перед применением.   |
| Температура колонки:           | Изотермическая или поднимающаяся температура<br>Температура не регулируется, но рекомендуется повышение температуры по причине экономии времени.  |
| Температура инжектора:         | От 200 °С до 250 °С   |
| Температура детектора:         | От 200 °С до 250 °С   |
| Газ-носитель:                  | Гелий или азот  |
| Скорость потока газа-носителя: | Набивная колонка: от 25 см <sup>3</sup> /мин до 90 см <sup>3</sup> /мин.<br>Колонка ОТ: от 2,5 см <sup>3</sup> /мин до 10 см <sup>3</sup> /мин.   |
| FID:                           | Регулируют расход водорода и воздуха, чтобы получить: <ul style="list-style-type: none"> <li>— отклик высокой чувствительности;</li> <li>— линейный отклик в диапазоне измеряемых концентраций;</li> <li>— Только незначительное влияние небольших колебаний в скорости потока на отклик или чувствительность.</li> </ul> |

ПРИМЕЧАНИЕ Применение метода А может привести к отложению полимера на колонке, в результате чего приходится чаще менять колонку.

### 8.6.2 Запись газовых хроматограмм растворов пробы и градуировочных растворов

В зависимости от чувствительности используемого газового хроматографа, вводят подходящий объем раствора пробы (приготовленный в соответствии с 8.3 или 8.4) или градуировочных растворов (приготовленных в соответствии с 8.5). Объем введенного раствора пробы должен быть идентичен объему соответствующих введенных градуировочных растворов. Записывают каждую хроматограмму, пока все материалы, такие как растворитель, стирол, этилбензол, другие определяемые ароматические углеводороды и внутренний стандарт не элюируют полностью.

### 8.6.3 Оценка хроматографических пиков

Относительное время удерживания стирола, внутреннего стандарта и всех других определенных в анализе ароматических углеводородов необходимо оценить заранее.

В Таблице 2 даны примеры времени удерживания некоторых наиболее часто встречающихся компонентов. Точные значения будут зависеть от используемого газового хроматографа и рабочих условий.

Таблица 2 — Типичное время удерживания стирола и других ароматических углеводородов

| Ароматический углеводород                   | Время удерживания мин | Время удерживания относительно <i>n</i> -бутилбензола |
|---|-----------------------|---|
| Этилбензол                                  | 3,4                   | 0,29  |
| Кумол                                       | 4,7                   | 0,39  |
| <i>n</i> -Пропилбензол                      | 5,9                   | 0,50  |
| Стирол                                      | 8,2                   | 0,69  |
| <i>n</i> -Бутилбензол (внутренний стандарт) | 11,9                  | 1,00  |
| $\alpha$ -Метилстирол                       | 13,7                  | 1,15  |

ПРИМЕЧАНИЕ В Приложении А даются типовые рабочие условия и типовой газовый хроматограф (см. Рисунок А.1).

Другие компоненты, которые могут встречаться в меньших количествах, это бензол, толуол, *o*-, *m*- и *n*-ксилол, *o*-, *m*- и *n*-этилтолуол и вторбутилбензол.

Площади пиков компонентов и внутреннего стандарта должны определяться с помощью электронного интегратора.

## 9 Обработка результатов

### 9.1 Расчет результатов по градуировочной кривой

При анализе ароматического углеводорода, используя четыре или больше градуировочных растворов различной концентрации, приготовленных в соответствии с 8.5, сначала рассчитывают, для каждого градуировочного раствора отношение площадей пиков  $Y'$ , задаваемое формулой:

$$Y' = A'_a/A'_s$$

где

$A'_a$  площадь пика стирола (или другого ароматического углеводорода) в градуировочном растворе;

$A'_s$  площадь пика внутреннего стандарта в градуировочном растворе.

Затем строят градуировочную кривую, откладывая отношение  $Y'$  против концентрации, в мг/мл, конкретного определяемого компонента.

Из полученного графика определяют формулу линейной регрессии

$$Y' = a \times C_a + b$$

где

$Y'$  отношение площадей пиков конкретного определяемого компонента и внутреннего стандарта в градуировочном растворе, т.е.  $A'_a/A'_s$ ;

$C_a$  концентрация, в мг/мл, определяемого компонента в градуировочном растворе.

Если коэффициент корреляции меньше 0,995, рассматривают применение большего числа градуировочных точек или построение кривой заново.

При анализе раствора пробы рассчитывают соответствующее отношение площадей пиков  $Y$ , задаваемое формулой:

$$Y = A_a/A_s$$

где

$A_a$  площадь пика стирола (или другого ароматического углеводорода) в растворе пробы;

$A_s$  площадь пика внутреннего стандарта в растворе пробы.

Концентрацию определяемого компонента тогда рассчитывают следующим образом:

$$C_a = (Y - b)/a$$

где

$C_a$  концентрация определяемого компонента, выраженная в мг/мл;

$Y$  отношение площадей пиков для компонента и внутреннего стандарта;

$a$  наклон линии линейной регрессии;

$b$  Отрезок, отсекаемый на оси  $Y$ , линией линейной регрессии.

По  $C_a$ , рассчитывают массовую долю  $P_a$  стирола или другого ароматического углеводорода в пробе полистирола, по уравнению

$$P_a = (20 \times C_a / m_p) \times 10^3$$

где

$m_p$  масса пробы полистирола, выраженная в граммах;

$P_a$  содержание стирола или другого ароматического углеводорода в пробе, выраженное в мкг/г;

20 количество раствора внутреннего стандарта, выраженное в миллилитрах.

## 9.2 Приемлемость результатов и чувствительность измерений

Диапазон результатов, полученных из повторных определений каждого ароматического углеводорода в пробе, не должен превышать  $\pm 5\%$  от среднего арифметического значения  $P_a$ .

Можно ожидать, что предел обнаружения составит порядка 10 мкг/г для метода, описанного в настоящем международном стандарте.

## 10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующие сведения:

- а) ссылку на данный международный стандарт;