

Application Bulletin

Von Interesse für: Allgemein analytische Laboratorien, Organische Chemie
Kunststoffe, Lebensmittel

B 1, 3, 6, 7

Polarographische Bestimmung von Styrol in Polystyrolen und Misch-Polymerisaten

Zusammenfassung

Das Application Bulletin beschreibt eine einfache, polarographische Methode zur Bestimmung von monomerem Styrol in Polymeren. Die Bestimmungsgrenze liegt bei 5 mg/L. Styrol wird vor der Bestimmung mit Natriumnitrit in das elektrochemisch aktive Pseudonitrosit überführt.

Geräte und Zubehör

- 746 VA Trace Analyzer mit 747 VA Stand oder
- 757 VA Computrace

Reagenzien

Alle verwendeten Reagenzien sollten von höchstmöglicher Reinheit sein (p.a. oder suprapur). Es sollte nur Reinstwasser verwendet werden.

- Natriumacetat wasserfrei, puriss p.a., CAS 127-09-3
- Natriumnitrit, puriss p.a., CAS 7632-00-0
- Essigsäure, puriss p.a., $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 96\%$
- Dioxan, puriss p.a., CAS 123-91-1
- Styrol (stabilisiert), zur Synthese, CAS 100-42-5

Gebrauchsfertige Lösungen

- Natriumacetatlösung, $w(\text{NaOOCCH}_3) = 50\%$ in water
In einem 500 mL Messkolben werden 250 g Natriumacetat in Wasser gelöst und mit Wasser zur Marke aufgefüllt.
- Natriumnitritlösung, $w(\text{NaNO}_2) = 30\%$ in Wasser
In einem 100 mL Messkolben werden 30 g Natriumnitrit in Wasser gelöst und mit Wasser zur Marke aufgefüllt.
- Styrol-Standard: $\beta(\text{Styrol}) = 1.00 \text{ g/L}$
In einem 100 mL Messkolben werden 100 mg Styrol in 3 mL Dioxan gelöst und mit 22 mL Essigsäure versetzt. Nach Zugabe von 2 mL Natriumnitritlösung wird für 20 min bei Zimmertemperatur reagieren gelassen, mit 20 mL Natriumacetatlösung versetzt und dann mit dest. Wasser zur Marke aufgefüllt. Die Lösung ist ca. 1 Monat haltbar.

Probenvorbereitung

Ca. 1 g zerkleinerte Probe werden im Becherglas mit 15 mL Dioxan aufgeschlämmt und dann mit 110 mL Essigsäure vermischt. Hat sich die Probe nicht vollständig gelöst, wird durch ein geeignetes Papierfilter (z.B. Schleicher&Schuell S&S 589/5) filtriert.

Analyse

5 mL Filtrat werden in ein Polarographiergefäß pipettiert und mit 0.75 mL Natriumnitritlösung vermischt. Nach 20 min Reaktionszeit (Zimmertemperatur) gibt man 10 mL Wasser und 5 mL Natriumacetatlösung zu.

Das Polarogramm wird unter den folgenden Bedingungen aufgenommen.

Working electrode	DME
Stirrer speed	2000 rpm
Measurement mode	DP
Purge time	300 s
Pulse amplitude	50 mV
Equilibration time	5 s
Start potential	0 V
End potential	-0.4 V
Voltage step	6 mV
Voltage step time	0.60 s
Sweep rate	10 mV/s
Peak potential	-0.24 V

Die Konzentrationsbestimmung erfolgt durch Standardaddition.

Literatur

- Alekseeva T.A., Usikova L.G., Bezuglyi V.D.
Polarographic determination of 2,4- and 2,5-dimethyl styrene.
Z. Anal. Khim. 18, (1963) 520-524
Ref: Fresenius Z. Anal. Chem. 210, (1965) 461
- Kurenkov V.F., Kuznecov E.V., Mjagcenkov V.A.
Differential determination of acrylamide and styrene in copolymers by using polarographic methods.
Zh. Anal. Khim. 28, (1973) 1236-1238
Ref: Fresenius Z. Anal. Chem. 271, (1974) 395-396

Abbildungen

```

===== METROHM 746 VA TRACE ANALYZER (5.746.0101) =====
Determ.      : 08170915          User:          Date: 1999-08-17
Modified     : 1999-08-17 10:09:42  Run : 3        Time: 09:15:32
Sample table: -
    
```

Pos.	Ident.1/S1	Ident.2/S2	Ident.3/S3	Method.call	Sample size/S0
		1.0			1.006 g

```

Method : AB136
Title  : Polarographic method / Styrol in Polystyrol
Remark1:
Remark2:
    
```

```

Substance : Styrol
Mass conc.: 46.33 mg/L          Mass      : 231.7 ug
MC.dev.   : 3.65 mg/L (7.89%)  Add.mass  : 100 ug
Cal.dev.  : -                  V0.sample: 5 mL
    
```

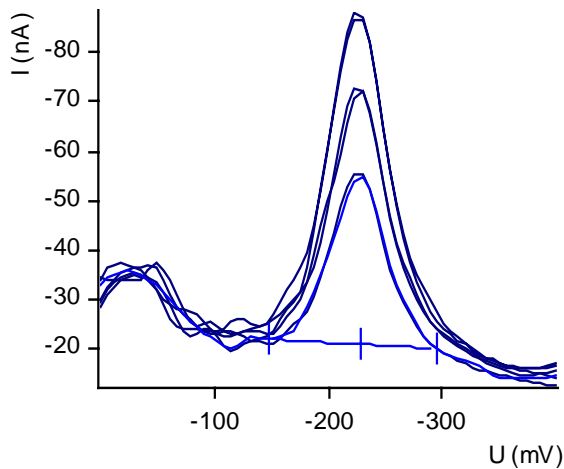
VR	U/mV	I/nA	I.mean	Std.dev.	I.delta	Comments
00	-229	-33.76	-34.29	0.7575		
01	-226	-34.83				
10	-229	-46.84	-47.11	0.3783	-12.82	
11	-226	-47.38				
20	-227	-64.20	-62.86	1.885	-15.76	
21	-225	-61.53				

Substance	Techn.	Y.reg/offset	Slope	Nonlin.	Mean deviat.
Styrol	std.add.	-3.378e-08	-3.026e-06		1.369e-09

C# Workg.com.var Remark

Final results	+/- Res.dev.	%	Comments
Styrol = 5.8489 mg/g	0.461	7.89	

Determ: 08170915 Id:
Substance: Styrol VR(**)



Determ: 08170915 Id:
Standard addition curve: Styrol

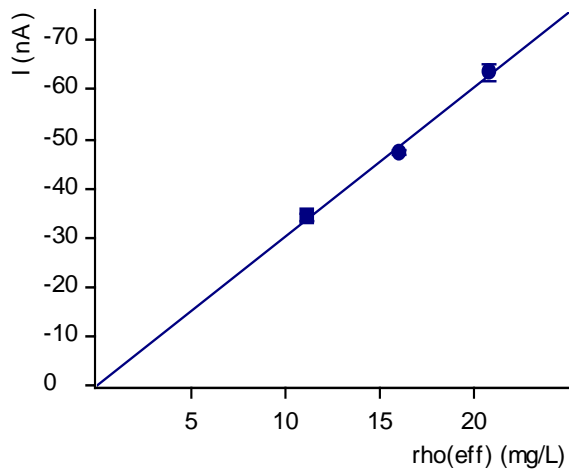


Abb. 1 Beispiel einer Bestimmung von Styrol in PS-Bechern mit dem 746 VA Trace Analyzer

```

===== METROHM 746 VA TRACE ANALYZER (5.746.0101) =====
Method: AB136 .mth OPERATION SEQUENCE
Title : Determination of Styrene. AB136
    
```

	Instructions	t/s	Main parameters	Auxiliary parameters
1	SMPL/M		V.fraction 5.000 mL	V.total 0.125 L
2	DOS>M		Soln.name NaNO2	V.add 0.750 mL
3	DOS>M		Soln.name water	V.add 10.000 mL
4	DOS>M		Soln.name NaAcetat	V.add 5.000 mL
5	PURGE			
6	STIR	300.0	Rot.speed 2000 /min	
7	(ADD			
8	PURGE			
9	STIR	20.0	Rot.speed 2000 /min	
10	OPURGE			
11	OSTIR	10.0		
12	(REP			
13	SEGMENT		Segm.name pol	
14	REP)1			
15	PURGE			
16	STIR		Rot.speed 2000 /min	
17	ADD>M		Soln.name StyrStd	V.add 0.100 mL
18	ADD)2			
19	END			

```

Method: AB136 SEGMENT
                pol
    
```

	Instructions	t/s	Main parameters	Auxiliary parameters
1	DME			
2	DPMODE		U.ampl -50 mV	t.meas 20.0 ms
			t.step 0.60 s	t.pulse 40.0 ms
3	SWEEP	42.0	U.start 0 mV	U.step 6 mV
			U.end -400 mV	Sweep rate 10 mV/s
4	OMEAS		U.standby	
5	END			

```

Method: AB136 SUBSTANCES
                Styrene - pol
    
```

Recognition	Display / Plot
U.verify -230 mV	I.scale auto
U.tol (+/-) 50 mV	U.div 50.00 mV/cm
U.width min 10 mV	U.begin 0 mV
U.width max 200 mV	U.end 200 mV
I.threshold 200 pA	

Baseline	Evaluation
Type linear	Mode VA
Scope whole	Quantity I.peak
dU.front auto	Sign. digits 4
S.front auto	
dU.rear auto	
S.rear auto	

Calibration	Technique	Curve type	Coefficients
2000-12-18 11:46:33	std.add.	linear	Y.reg 3.137e-07
			Slope 2.824e-05
			Nonlin.
			Mean dev. 5.371e-09

Additions
Soln.name StyrStd
Mass conc. 1 g/L
Range min g/L
Range max g/L
M.conc./cm g/L

```

Method: AB136 CALCULATION
                max. 15 lines
    
```

Quantity	Formula (R##, C##, A##)	Res.unit	Sig.dig.
Styrene	R1000=MC:Styrene * Vtot / S0	#g/g	5

Abb. 2 Methode einer Bestimmung von Styrol in PS-Bechern mit dem 746 VA Trace Analyzer