МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33404— 2015

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ПРЕДСТАВЛЯЮЩЕЙ ОПАСНОСТЬ ДЛЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Определение растворимости/экстракции полимеров в воде

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 339 «Безопасность сырья, материалов и веществ» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии международного документа, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 июля 2015 г. № 78-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 октября 2015 г. № 1605-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33404—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2016 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному документу OECD, Test No. 120:2000 «Растворимость/экстракция полимеров в воде» («Solution/extraction behaviour of polymers in water», MOD) путем изменения структуры. Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного документа приведено в дополнительном приложении ДА.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Принцип метода 1
3 Процедура испытания 1
3.1 Оборудование 1
3.2 Подготовка проб 1
4 Процедура испытания 2
4.1 Проведение испытания 2
4.2 Анализ 2
5 Данные и отчет о проведении испытания 3
5.1 Проведение испытания с пробами одинаковой массы 3
5.2 Проведение испытания с пробами разной массы 3
5.3 Отчет о проведении испытания 3
Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного документа 4
Библиография 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ПРЕДСТАВЛЯЮЩЕЙ ОПАСНОСТЬ ДЛЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Определение растворимости/экстракции полимеров в воде

Testing of chemicals of environmental hazard.
Determination of the solution/extraction behaviour of polymers in water

Дата введения — 2016—09—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения растворимости/экстракции полимеров в воде.

1.2 Метод, представленный в настоящем стандарте, не применим для жидких полимеров и полимеров, которые взаимодействуют с водой в условиях испытания. В тех случаях, когда использование метода невозможно, растворение или экстракцию полимеров можно исследовать с помощью других методов. Для некоторых полимеров, таких как эмульсионные полимеры, перед использованием метода может потребоваться специальная подготовка.

2 Принцип метода

Растворение/экстракцию полимеров в воде определяют с использованием баночного метода [1] с модификациями, описанными ниже.

3 Процедура испытания

3.1 Оборудование

Для проведения испытания используют следующее оборудование:

- устройство для дробления, например измельчитель для получения частиц известного размера [2];
- аппарат для встряхивания с возможностью контроля температуры;
- система для мембранной фильтрации;
- аналитическое оборудование;
- стандартные сита.

3.2 Подготовка проб

3.2.1 Репрезентативную пробу исследуемого вещества просеивают до размера частиц в пределах от 0,125 до 0,25 мм с использованием соответствующих сит. Для поддержания стабильности пробы или ее измельчения может потребоваться охлаждение. Вещества каучуковой природы измельчают при температуре жидкого азота [2].

3.2.2 Если получить фракцию частиц необходимого размера невозможно, то следует максимально уменьшить размер частиц. Используемый размер частиц необходимо указать в отчете о проведении испытания. Также в отчете о проведении испытания следует указать способ хранения пробы до начала испытания.

Издание официальное

4 Процедура испытания

4.1 Проведение испытания

4.1.1 Готовят три навески исследуемого вещества массой 10 г и помещают в отдельные колбы со стеклянными пробками. В каждую колбу добавляют 1000 мл воды. Если использование навески массой 10 г практически невозможно, то используют навеску минимальной возможной массы при соответствующем увеличении количества воды.

Колбы плотно закрывают, затем встряхивают при температуре 20 °С. Для встряхивания используют встряхивающее или перемешивающее устройство, способное функционировать при постоянной температуре. По прошествии 24 ч содержимое каждой колбы центрифугируют, фильтруют и определяют концентрацию полимера в прозрачной водной фазе с использованием подходящего аналитического метода. Если подходящие методы анализа водной фазы отсутствуют, то общую растворимость/экстракцию определяют по сухой массе отфильтрованного или отцентрифугированного осадка.

4.1.2 Как правило, необходимо проведение количественного определения примесей (добавок) и низкомолекулярных веществ. При использовании гравиметрического анализа также проводят контрольное измерение без исследуемого вещества для определения сухого остатка, образование которого является следствием процедуры испытания.

4.1.3 Растворение/экстракцию полимеров определяют при температуре 20 °С и уровнях pH 2 и 9, а также при температуре 37 °С и уровне pH 7. Определение при температуре 37 °С проводят аналогично определению при температуре 20 °С (см. 4.1.1). Необходимые значения pH получают путем добавления соответствующих буферных растворов или растворов кислот или оснований, таких как соляная кислота, уксусная кислота, гидроксид натрия, гидроксид калия ч. д. а. или гидроксид аммония.

4.1.4 В зависимости от используемого метода анализа проводят одно или два испытания. При наличии достаточно избирательных методов прямого анализа полимерного компонента в водной фазе проводят одно испытание, как описано выше. Когда такие методы отсутствуют и определение растворения/экстракции полимера сводится к непрямому анализу, т. е. определению общего органического углерода (ООУ) в водной фазе, проводят дополнительное испытание. Дополнительное испытание проводят три раза с использованием проб полимера в 10 раз меньших по массе и того же количества воды, какое было использовано в первом измерении (см. 4.1.1).

4.2 Анализ

4.2.1 Проведение испытания с пробами одинаковой массы

4.2.1.1 Для аналитического определения могут быть применены существующие методы прямого анализа полимерных компонентов в водной фазе. В альтернативном случае также могут быть применены непрямые методы анализа растворенных или экстрагированных полимерных компонентов, в частности определение общего содержания растворенных компонентов с учетом поправки на неполимерные компоненты.

4.2.1.2 Определение общего содержания полимерных компонентов в водной фазе может быть проведено с использованием достаточно чувствительного метода [например, определение общего органического углерода с окислением углерода до CO_2 персульфатом или бихроматом калия и последующим инфракрасным или химическим анализом; анализом с помощью атомно-адсорбционной спектрометрии (AAS) или атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ICR) для кремний- или металлсодержащих полимеров; УФ-поглощением или спектрофлуориметрией для арилсодержащих полимеров; анализом с помощью жидкостной хроматографии с масс-спектрометрией для низкомолекулярных веществ и т. д.] или вакуумным выпариванием водного экстракта до сухого остатка и спектроскопическим (ИК, УФ и т. д.) или AAS/ICP-анализом остатка.

4.2.1.3 Если проведение анализа водной фазы невозможно, то полимерный компонент экстрагируют несмешивающимся с водой растворителем (например, растворителем из ряда хлорированных углеводородов). Затем растворитель выпаривают до сухого остатка и проводят спектроскопический (ИК, УФ и т. д.) или AAS/ICP-анализ остатка на содержание полимера. Все компоненты, идентифицированные как примеси или добавки, отбрасывают при определении степени растворения/экстракции самого полимера. При относительно больших количествах таких веществ остаток анализируют, например высокоэффективной жидкостной хроматографией или газовой хроматографией, для отделения примесей от присутствующего мономера и связанных с мономером компонентов для определения истинного содержания последних. В некоторых случаях достаточно простого выпаривания органических растворителей досуха и взвешивания сухого остатка.

4.2.2 Проведение испытания с пробами разной массы

4.2.2.1 Все водные экстракты анализируют на содержание общего органического углерода.

4.2.2.2 Проводят гравиметрический анализ нерастворенной/неэкстрагированной части пробы. Если после центрифугирования или фильтрования содержимого каждой колбы остатки полимера оседают на стенках колбы, то колбу промывают фильтратом до полного очищения от всех видимых остатков. Затем фильтрат вновь центрифугируют или фильтруют. Остатки, оставшиеся на фильтре или в центрифужной пробирке, высушивают при температуре 40 °С в вакууме и взвешивают. Высушивание продолжают до достижения постоянной массы.

5 Данные и отчет о проведении испытания

5.1 Проведение испытания с пробами одинаковой массы

5.1.1 В отчете о проведении испытания указывают индивидуальные результаты для каждой из трех колб и средние значения, выраженные в единицах массы к объему раствора (как правило, мг/л) или массы к массе пробы полимера (как правило, мг/г). Также указывают потерю массы пробы, которую рассчитывают как массу растворенного вещества, деленную на массу исходной пробы. Рассчитывают относительные стандартные отклонения (RSD). Указывают индивидуальные значения для вещества в целом [полимер с учетом основных примесей (добавок)] и только полимера [т. е. без учета массы примесей (добавок)].

5.2 Проведение испытания с пробами разной массы

5.2.1 В отчете о проведении испытания указывают индивидуальные значения содержания общего органического углерода в водных экстрактах, полученных в двух из трех испытаний, и средние значения для каждого испытания, выраженные в единицах массы к объему раствора (как правило, мгС/л), а также в единицах массы к массе исходной пробы (как правило, мгС/г).

5.2.2 Отсутствие разницы между результатами при высоком и низком соотношении проба/вода указывает на то, что все экстрагируемые компоненты действительно были экстрагированы. В этом случае прямой анализ не требуется.

5.2.3 Указывают индивидуальные значения массы остатков и выражают в процентах от исходной массы проб. Рассчитывают средние значения для каждого испытания. Разница между 100 % и установленными процентами представляет процентное содержание растворимого и экстрагируемого вещества в исходной пробе.

5.3 Отчет о проведении испытания

Отчет о проведении испытания должен содержать следующую информацию:

Исследуемое вещество:

- доступную информацию об исследуемом веществе (химическая идентификация, добавки, примеси, содержание низкомолекулярных веществ).

Условия проведения испытания:

- описание используемых методов и условий;
- описание аналитического метода и метода детектирования.

Результаты:

- показатели растворения/экстракции, мг/л: индивидуальные значения и среднее значение при экстракции в различных растворах с указанием содержания полимера и примесей (добавок);
- показатели растворения/экстракции полимера, мг/г;
- значения содержания общего органического углерода в водных экстрактах, массу растворенного вещества и рассчитанные проценты (если определялись);
- уровень pH каждой пробы;
- информацию о контрольных значениях (проба без исследуемого вещества);
- сведения о химической нестабильности исследуемого вещества во время испытания и анализа при необходимости;
- всю информацию, имеющую значение для интерпретации результатов.

Приложение ДА
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного документа

Структура международного документа	Структура межгосударственного стандарта
Раздел 1	—
Раздел 2	1.2
Раздел 3	1.2
Раздел 4	2
Раздел 5	3.1
Раздел 6	3.2.1
Раздел 7	3.2.2
Раздел 8	4.1.1
Раздел 9	4.1.2
Раздел 10	4.1.3
Раздел 11	4.1.4
Раздел 12	4.2.1.1
Раздел 13	4.2.1.2
Раздел 14	4.2.1.3
Раздел 15	5.6.5
Раздел 16	5.7.1.1
Раздел 17	5.7.1.2
Раздел 18	5.7.1.3
Раздел 19	5.7.2
Раздел 20	5.7.3
Раздел 21	5.7.4
Литература	Библиография

Библиография

[1] OECD Test No.105 Water Solubility (Растворимость в воде)

[2] DIN 53733:1976 Testing of Plastics; Size Reduction of Plastic Products for Test Purpose (Пластмассы. Методы измельчения пластмассовых изделий для проведения испытаний)

УДК 658.382.3:006.354 МКС 13.020.01

Ключевые слова: химическая продукция, окружающая среда, растворимость/экстракция, полимер

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 14.05.2019. Подписано в печать 15.07.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru