ГОСТ 28621—90
(ИСО 4645—84)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕЗИНА И РЕЗИНОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

РУКОВОДСТВО ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ ПРОТИВОСТАРИТЕЛЕЙ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Издание официальное

БЗ 9—2004

СТАНДАРТИНФОРМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.4:543.544:678.048:006.354 Группа Л69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕЗИНА И РЕЗИНОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Руководство по идентификации противостарителей методом тонкослойной хроматографии

ГОСТ 28621—90

Rubber and rubber products. Guide to the identification of antidegradants. Thin layer chromatographic methods

(ИСО 4645—84)

МКС 83.060
ОКСТУ 2509

Дата введения 01.01.92

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящий стандарт устанавливает два метода обнаружения и идентификации методом тонкослойной хроматографии противостарителей (антиоксиданты, антиозонанты и стабилизаторы), которые могут находиться в каучуках, невулканизированных резиновых смесях или в резиновых изделиях:

А — упрощенный метод на основе одной системы растворителей, которая обеспечивает идентификацию известных материалов и может быть использована для установления наличия или отсутствия противостарителя, который должен там находиться;

В — более детальный метод, включающий дополнительные системы растворителей и проявители, которые дают большую возможность разделения пятен и поэтому могут быть использованы для обнаружения и идентификации неизвестного противостарителя.

1.2. Методы А и В применяют для противостарителей, включающих полиалкилфенилфосфиты, замещенные бисфенолы, вторичные амины, замещенные крезолы и замещенные *n*-фенилендиамины. Анализ других типов противостарителей возможен при соблюдении правил п. 11.1.

2. ССЫЛКА

ГОСТ 24919—91 (ИСО 1407—76) Каучук. Определение сольвентного экстракта

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Экстрагируют противостарители из образца с помощью растворителя.

Выпаривают первоначальный растворитель, наносят раствор высушенного экстракта в виде пятна на тонкослойную хроматографическую пластину, выпаривают второй растворитель и хроматографируют пластину в соответствующем растворителе. Если присутствует масло, то его предварительно удаляют или на хроматографической колонке до окончания выпаривания первоначального растворителя или обработкой пластины петролейным эфиром до начала обычного хроматографирования в соответствующем растворителе. Идентифицируют неизвестные противостарители сравнением их хроматограмм со стандартными хроматограммами.

4. РЕАКТИВЫ

В процессе анализа используют только аналитически чистые реактивы, дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1990
© Стандартинформ, 2005

Предупреждение. Работа с летучими и токсичными растворителями должна проводиться под вытяжками. Работая с каким-либо растворителем или химическим соединением, упомянутым в данном стандарте, необходимо соблюдать меры предосторожности.

4.1. Адсорбент, наносимый на пластину, — силикагель с сульфатом кальция или без него*, с размером частиц от 2 до 50 мкм.

Силикагель, содержащий флуоресцентный индикатор, в некоторых случаях может быть использован для обнаружения пятен в ультрафиолетовом свете перед проявлением.

4.2. Адсорбент для колонки — силикагель с размером частиц 200—600 мкм, активированный сушкой, или не менее 2 ч при 110 °С, если продукт высохнет после указанного времени, или для удобства в течение ночи (приблизительно 16 ч при 110 °С).

4.3. Растворители

4.3.1. Метанол.

4.3.2. Ацетон.

4.3.3. Этанол безводный.

4.3.4. 2-пропанол.

4.3.5. Петролейный эфир, температура кипения 35 °С—60 °С.

4.3.6. Дихлорметан.

4.3.7. Толуол.

4.3.8. Этилацетат.

4.3.9. Н-гексан.

4.3.10. Н-гептан.

4.3.11. Циклогексан.

4.3.12. Диэтиламин.

4.3.13. Гидроксид аммония, раствор 28—30 % (по массе) (раствор NH_3, ρ = 0,9 г/см^3).

4.3.14. Ацетонитрил.

4.4. Растворители для элюирования

4.4.1. Для метода А: 90 частей *н*-гептана (п. 4.3.10) и 10 частей этилацетата (п. 4.3.8) по объему.

4.4.2. Для метода В

4.4.2.1. Толуол.

4.4.2.2. 95 частей толуола (п. 4.3.7) и 5 частей этилацетата (п. 4.3.8) по объему.

4.4.2.3. 75 частей циклогексана (п. 4.3.11) и 25 частей диэтиламина (п. 4.3.12) по объему.

4.4.2.4. 50 частей толуола (п. 4.3.7) и 50 частей *н*-гептана (п. 4.3.10) по объему.

4.4.3. Дополнительные растворители для элюирования, используемые в особых случаях

4.4.3.1. 100 частей толуола (п. 4.3.7), 10 частей ацетона (п. 4.3.2) и 0,2 части раствора гидроксида аммония (п. 4.3.13) по объему.

4.5. Проявители

Большинство из перечисленных проявителей одинаково применимы для цветного проявления как аминов, так и фенолов.

Пп. 4.5.1, 4.5.2 являются основой для аналитической экспертизы противостарителей.

4.5.1. Цветное проявление аминов

4.5.1.1. Диазотированная сульфаниловая кислота. Растворяют 1 г сульфаниловой кислоты, 1 г нитрата калия в 200 см^3 одномолярного раствора соляной кислоты *c* (HCl) = 1 моль/дм^3.

Каждый день готовят свежий раствор.

4.5.1.2. Перекись бензоила, раствор 40 г/дм^3 в толуоле.

Предостережение: перекись бензоила является сильным окислителем, который может спонтанно взорваться.

4.5.1.3. Раствор нитрата висмута.

7,5 г безводного нитрата висмута растворяют в смеси 1 см^3 концентрированной азотной кислоты и 150 см^3 воды.

4.5.1.4. Тетрацианоэтилен (этантетракарбонитрил), насыщенный раствор в дихлорметане.

4.5.2. Цветное проявление фенолов

4.5.2.1. После проявления специфическим реагентом (п. 4.5.1.1) опрыскивают раствором гидроксида натрия *c* (NaOH) = 1 моль/дм^3.

---

* Соответствующий материал выпускается промышленностью. Подробная информация может быть получена в секретариате ИСО ТК 45 или центральном секретариате ИСО.

4.5.2.2. Фтороборат *n*-нитрофенилдиазония, 1 %-ный раствор (по массе) в метаноле, содержащем 0,5 %-ный раствор (по массе) соляной кислоты.

4.5.2.3. Дихлорхинонхлоримид (реактив Гиббса) или 2,6-дибромхинонхлоримид, 0,1 %-ный раствор в метаноле.

4.5.2.4. Буферный раствор, используемый с реагентом (п. 4.5.2.3): растворяют 23,4 г декагидрата тетрабората натрия и 3,3 г гидрооксида натрия в 1 $дм^3$ воды.

4.5.2.5. Реактив Толленса.

Смешивают 0,5 $см^3$ 5 %-ного раствора нитрата серебра и 2 капли гидроксида натрия, *c* (NaOH) = = 2 $моль/дм^3$. Растворяют осадок в возможно меньшем объеме 2 %-ного раствора гидрооксида аммония и добавляют равный объем 96 %-ного (по объему) раствора этанола.

Предупреждение: готовят растворы проявителей непосредственно перед употреблением и используют в течение 12 ч.

5. ОБОРУДОВАНИЕ

Обычное лабораторное оборудование и указанное в пп. 5.1—5.12.

5.1. Стеклянные пластины подходящих размеров (например 200 × 200 мм).

5.2. Распыляющее устройство для нанесения слоя адсорбента 250—300 мкм на стеклянные пластины (п. 5.1).

5.3. Готовые пластины с тонким слоем силикагеля толщиной 250—300 мкм. Наряду со свежеприготовленными пластинами (п. 6.2) можно использовать готовые пластины со слоем силикагеля. Можно использовать готовые пластины с более тонким покрытием, которые обеспечивают хорошее разделение смесей, перечисленных в п. 11.3.

5.4. Сушильный шкаф, обеспечивающий температуру (100 ± 5) °С.

5.5. Эксикатор или сухая камера для хранения пластин при заданной влажности.

5.6. Микропипетки вместимостью 2,5 и 10 мкл.

5.7. Хроматографические камеры для элюирования с размерами, соответствующими размерам пластин (п. 5.1) (например 250 × 250 × 70 или 320 × 240 × 110 мм). Не рекомендуется использовать небольшие камеры типа «сандвич», так как они не обеспечивают равноценную циркуляцию паров растворителя между стенкой камеры и пластиной с образцом.

5.8. Приборы для экстракции по ГОСТ 24919.

5.9. Роторный вакуумный испаритель (см. п. 7.3).

5.10. Короткие колонки для жидкотвердой хроматографии. Удовлетворительными являются указанные в пп. 5.10.1 и 5.10.2.

5.10.1. Медицинский шприц для подкожных инъекций вместимостью 5 $см^3$ с иглой длиной около 35 мм и диаметром 1,25 мм.

5.10.2. Стеклянные трубки длиной 120 мм и диаметром 10—12 мм, вмещающие около 5 $см^3$ силикагеля.

5.11. Приборы для распыления.

5.12. Желательно использовать маску при проявлении пластин (см. п. 8.5.1).

6. ПОДГОТОВКА КАМЕРЫ ДЛЯ ЭЛЮИРОВАНИЯ И ПЛАСТИН

6.1. Подготовка камеры

В камеру для элюирования (п. 5.7) добавляют 200 $см^3$ растворителя для элюирования (пп. 4.4.1 или 4.4.2), интенсивно перемешивают и выдерживают в течение 15 мин перед использованием.

Камера может быть использована повторно (перед использованием снова перемешивают и выдерживают 15 мин), если состав растворителя остается постоянным.

6.2. Подготовка пластин

6.2.1. Приготавливают суспензию из 2 частей воды и 1 части силикагеля (п. 4.1) по массе. Оставляют стоять, иногда слабо перемешивая и обращая внимание на то, чтобы избежать образования пузырьков воздуха, до тех пор, пока смесь слегка не загустеет. Немедленно с помощью распыляющего устройства (п. 5.2) равномерно наносят суспензию на стеклянные пластины (п. 5.1). Толщина покрытия должна быть 250—300 мкм. Оставляют пластину при комнатной температуре до застывания силикагеля. Полностью высушивают и активируют силикагель, помещая пластины на 2 ч в сушильный шкаф при температуре (100 ± 5) °С или, если более удобно, на ночь (приблизительно 16 ч).

6.2.2. Пластины можно хранить в эксикаторе над силикагелем. Неиспользованные пластины должны быть реактивированы после четырехдневного хранения.

6.2.3. Перед использованием можно нанести на пластины ножом или скребком линии шириной около 20 мм, однако от этой операции можно отказаться, если она вызывает неравномерное развитие хроматографии.

6.2.4. Наносить антиоксидант на пластины капельным способом можно при нагревании, если при этом не происходит разрушения антиоксиданта.

В результате нанесения капель на пластины при нагревании иногда получают более компактные пятна, однако воспроизводимость результатов лучше в случае нанесения капель при комнатной температуре.

6.3. Подготовка готовых пластин

При использовании готовых пластин действуют согласно инструкции.

7. ПОДГОТОВКА ИСПЫТУЕМОГО ОБРАЗЦА

7.1. Испытуемый образец листуют с помощью лабораторных вальцев, имеющих тонкий зазор и вращающихся с одинаковой скоростью, или режут его на очень маленькие кусочки (длина кромки менее 2 мм), помещают от 2 до 5 г образца между двумя листами фильтровальной бумаги. Переносят образец в эксикатор (п. 5.8) и экстрагируют соответствующим растворителем (как указано в ГОСТ 24919) в течение 4 ч, если испытуемый образец находится в эксикаторе или 1—2 ч, если образец погружен прямо в растворитель.

Другим способом экстрагирования является непродолжительное встряхивание (только для вулканизаторов) при комнатной температуре в дихлорметане, или образец можно оставить на ночь в 2-пропаноле (п. 4.3.4) или в ацетонитриле (п. 4.3.14).

7.2. Как отмечается в приложении, при необходимости одновременно с экстрагированием проводят предварительное фракционирование.

7.3. Упаривают экстракт (п. 7.1) в стакане на нагретой до невысокой температуры плитке (не более 50 °С), используя поток азота, способствующий испарению на последней стадии данного процесса. Если есть возможность, используют роторный вакуумный испаритель. Когда останется около 1 $см^3$ раствора, проверяют визуально наличие масла. Если масло присутствует, действуют согласно пп. 7.4—7.7. Если масло отсутствует, выпаривают экстракт досуха при слабом нагревании (не выше 50 °С) в потоке азота. Растворяют высушенный экстракт в 0,5—1 $см^3$ дихлорметана при слабом нагревании до получения прозрачного раствора и начинают непосредственно нанесение капель экстракта на тонкослойную пластину, как указано в разд. 8.

Примечание. Незначительные количества остатков спирта могут изменить подвижность пятен (значения *Rf*).

7.4. Приготавливают силикагелевую колонку из активированного силикагеля (п. 4.2), помещая пробку из стекловаты в конец колонки (п. 5.10), и немедленно заполняют ее. Предпочтительнее использовать свежеприготовленные колонки, но можно использовать колонку через 2 ч после приготовления, в течение этого периода времени колонка должна храниться в эксикаторе.

7.5. Растворяют полученный остаток (см. п. 7.3) в 2 $см^3$ дихлорметана и заливают сухую колонку с силикагелем этим раствором. Промывают *н*-гексаном (п. 4.3.9) до тех пор, пока пробка из стекловаты не станет бесцветной. Используют не более чем 25 $см^3$ *н*-гексана, удаляя его полностью после промывки. Большая часть масел удаляется на этой стадии.

Примечание. Другим методом полного удаления масел является элюирование подготовленной пластины петролейным эфиром (п. 4.3.5) до тех пор, пока масла не переместятся к верхней части пластины, затем следует высушивание для удаления эфира. Последующая обработка пластинок описана в разд. 9.

7.6. После того как весь *н*-гексан выйдет из колонки, подставляют под колонку чистый стакан. Промывают колонку последовательно ацетоном и метанолом, пока не обесцветится силикагель, за исключением слабого оттенка, который нельзя удалить даже интенсивной промывкой. Удаляют силикагель.

7.7. Выпаривают элюент досуха при умеренном нагревании (не выше 50 °С) в потоке азота. Растворяют в 0,5—1,0 $см^3$ дихлорметана при слабом нагревании для получения прозрачного раствора, затем проводят определение в соответствии с разд. 8.

8. НАНЕСЕНИЕ ПЯТЕН НА ПЛАСТИНУ

8.1. Общее замечание

Технику нанесения пятен на тонкослойные пластины нельзя описать точно, хотя можно дать несколько главных правил и рекомендаций. Тем не менее каждый исследователь должен выработать на практике свой собственный метод нанесения пятен.

8.2. Количество противостарителя

Как правило, требуется 50—100 мкг противостарителя.

Необходимое количество противостарителя, как правило, 50—100 мкг. Иногда можно определить и меньшее количество.

8.3. Количество используемого раствора

Наилучшие хроматограммы получаются при объеме наносимого на пластину раствора образца 5 мкл или меньше; допускается и 10 мкл, но большие объемы размывают пятно и ухудшают процесс разделения. Размывание пятна зависит от применяемого растворителя, особенно сильное размывание происходит при использовании ацетона.

8.4. Концентрация испытуемого раствора

Как следует из пп. 8.2 и 8.3, идеальным вариантом является использование раствора антиоксидантов с концентрацией 10—20 г/дм^3. При данной концентрации некоторые сложные смеси могут образовывать полосы (хвосты). Если есть образование полос (хвостов), то целесообразно уменьшить количество образца для получения дискретных пятен компонентов смеси.

8.5. Метод нанесения пятен

8.5.1. На одну пластину можно нанести несколько проб или поочередно пробы и известные вещества, пятна которых должны располагаться на расстоянии по крайней мере 2 см друг от друга. Четыре полоски могут использоваться для цветного проявления с помощью одного проявителя и четыре полоски — с помощью другого, при этом применяется маска (п. 5.12).

8.5.2. Наносят пятна с помощью микропипетки (п. 5.6) на стартовую линию, отстоящую от края пластинок приблизительно на 25 мм, располагая каждое пятно на расстоянии не менее 2 см друг от друга. Растворитель испаряют. После этого пластина готова для хроматографирования.

9. ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЕ ПЛАСТИНЫ (ЭЛЮИРОВАНИЕ)

9.1. Метод А

Помещают каждую пластину в подготовленную камеру (разд. 6), содержащую смешанный растворитель (п. 4.4.1), при этом в каждой камере должна находиться только одна пластина. Пластина не должна находиться близко к стенкам камеры и уровень растворителя в камере должен быть ниже стартовой линии (линии, на которую нанесены пятна). Камеру закрывают крышкой и проводят элюирование — дают фронту растворителя продвинуться от стартовой линии на 150 мм. Вынимают пластину, отмечают место фронта растворителя — финишную линию — и высушивают в течение нескольких минут на воздухе. Для удаления последних остатков растворителя можно применять слабое нагревание пластины до невысокой температуры (не более 50 °С).

9.2. Метод В

Если по методу А (см. п. 9.1) не удается достигнуть удовлетворительного разделения пятен, то можно использовать растворы для элюирования по пп. 4.4.2.1—4.4.2.4, 4.4.3.1 в перечисленном порядке. Каждая система растворителей требует дополнительно приготовленной пластины с нанесенными на нее пятнами.

10. ЦВЕТНОЕ ПРОЯВЛЕНИЕ НА ПЛАСТИНЕ

10.1. Метод А

10.1.1. Противостарители аминного типа

Проявляют пластину или необходимый ее участок (п. 8.5.1), опрыскивая ее поверхность раствором диазотированной сульфаниловой кислоты (п. 4.5.1), пока не появится окраска.

Значение *Rf* вычисляют по формуле

$$Rf = \frac{\text{расстояние, пройденное передним краем пятна от стартовой линии (п. 8.5.2)}}{\text{расстояние, пройденное фронтом растворителя от стартовой линии}}.$$

Сравнивают полученные *Rf* и окраску пятен со значениями и окраской пятен на стандартных хроматограммах, приготовленных в каждой лаборатории (см. разд. 11).

Все противостарители аминного типа, включая некоторые смеси, идентифицируют этим методом.

Примечание. Противостарители фенольного типа также дают окраску при проявлении этим реактивом.

Смотри также п. 10.3.

10.1.2. Противостарители фенольного типа

10.1.2.1. Опрыскивают поверхность пластины, обработанной в соответствии с п. 10.1.1, раствором гидрооксида натрия (п. 4.5.2.1). Фенольные противостарители проявляются, при этом значения *Rf* и окраска пятен являются характеристиками отдельных химических продуктов или смесей.

10.1.2.2. В некоторых случаях можно провести более точную идентификацию фенольных противостарителей с помощью проявления хлоримидом (п. 4.5.2.3). При этом оказывается полезным обработать пластину хлоримидом после опрыскивания буферным раствором (4.5.2.4). Вычисляют значения *Rf* и отмечают окраску пятен. Нагревают пластину в течение нескольких минут при 105 °С и опять отмечают окрашивание. Для точного сравнения известные противостарители обрабатывают так же, как и неизвестные.

Примечание. Противостарители аминного типа также дают окраску с этим проявителем (обычно голубую и зеленую).

10.2. Метод В

Пластины, проэлюированные в соответствии с п. 9.2, можно проявлять реактивами, указанными в п. 4.5. Это может способствовать получению дополнительной информации, необходимой для дифференцирования некоторых трудноразделяемых смесей. Последовательность элюирования пластины и ее проявление реагентами должны быть одинаковыми для эталонных и неизвестных противостарителей.

10.3. Подтверждающие испытания

Для подтверждения идентификации наносят на соседние линии хроматографической пластины неизвестный противостаритель и противостаритель, который был определен экспериментально в пробе, и одинаково обрабатывают.

Другой, иногда полезный, метод состоит в том, что к испытуемому раствору добавляют известный противостаритель. Это гарантия того, что известный противостаритель имеет те же самые фоновые помехи, как и неизвестный.

11. СТАНДАРТНЫЕ ХРОМАТОГРАММЫ

11.1. Для идентификации неизвестного противостарителя по его тонкослойной хроматограмме необходимо получить стандартные хроматограммы исходных образцов тех противостарителей, присутствие которых можно ожидать в испытуемой пробе. Стандартные хроматограммы должны быть получены при использовании одних и тех же растворителей и проявителей, желательно в то же время и на той же пластине, что и хроматограммы определяемых противостарителей.

11.2. Если данные хроматограммы нужно сохранить, то лучше применить для этого цветную фотографию. Возможно также копирование хроматограмм карандашом, отметкой цвета, формы и характера пятен. Хроматографическая копия имеет большое значение, так как многие сложные противостарители состоят из нескольких компонентов. Они часто дают пятна с полосами в виде хвостов на хроматограмме. По этой причине точный рисунок более важен, чем таблица значений *Rf* и указание цветов. Некоторые аналитики пришли к выводу, что использование цветных диаграмм помогает при описании получаемых результатов*.

11.3. Для совершенствования практических навыков экспериментатор, прежде чем начать анализировать незнакомый материал, в первую очередь должен добиться хорошего разделения следующих смесей, применяя растворы для элюирования, указанные в п. 4.11.

Низкополярные противостарители, примером которых является смесь диариламинов, фенил-β-нафтиламина и фенил-α-нафтиламина, следует разделять, используя элюент по п. 4.4.1.

---

* Цветные диаграммы Манселля являются вполне удовлетворительными для этих целей.

Среднеполярные противостарители, примером которых является смесь замещенных *n*-фенилендиаминов: *N,N'*-бис-(1-этил-3-метил-пентил)-*n*-фенилендиамин, *N*-изопронил-*N'*-фенил-*n*-фенилендиамин и *N*-фенил-*N'*-циклогексил-*n*-фенилендиамин, — следует разделять, используя элюент по п. 4.4.3.1.

Предостережение. Фенил-β-нафтиламин и фенил-α-нафтиламин могут содержать небольшое количество сильнодействующего канцерогена β-нафтиламина.

Высокополярные противостарители, примером которых является смесь *N*-фенил-*N*-(ρ-толилсульфонил)-*n*-фенилендиамина, *N,N'*-дибутил-*n*-фенилендиамина и *N,N'*-диизопропил-*n*-фенилендиамина, следует разделять, используя элементы по пп. 4.4.3.1 и 4.4.2.2.

11.4. Растворитель или растворители для элюирования аналитик должен выбирать по своему усмотрению в зависимости от конкретной задачи, используя вышеупомянутые рекомендации.

12. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать следующие данные:

1) ссылку на настоящий стандарт;
2) подробности, необходимые для идентификации испытуемого образца;
3) противостарители, обнаруженные с использованием методов, описанных в настоящем стандарте;
4) дату испытания.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ

Введение

Ниже приведены некоторые предварительные испытания нанесения пятен, которые оказались полезными для отбора возможных типов противостарителей до проведения тонкослойного анализа.

1. Реактивы

1.1. Треххлористое железо, 0,5 %-ный раствор в эталоне.

1.2. Трехсульфатное железо, 1 %-ный раствор.

1.3. Хлоргидрат гидроксиламмония, 1 %-ный раствор.

1.4. Раствор п-нитроанилина.

Растворяют 2,8 г п-нитроанилина в 32 $см^3$ теплой концентрированной соляной кислоты. Разбавляют водой до 250 $см^3$.

1.5. Раствор азотнокислого натрия

Растворяют 1,44 г азотнокислого натрия в 250 $см^3$ воды.

1.6. Ледяная уксусная кислота, 99,7 %-ный раствор, ρ = 1,05 $мг/м^3$.

1.7. Раствор четыреххлористого титана

Растворяют 5 $см^3$ четыреххлористого титана в 2000 $см^3$ ледяной уксусной кислоты.

2. Проведение испытания

2.1. Последовательность выполнения (пп. 2.2—2.5) на нескольких кубических сантиметрах «экстракта» примерно из 1 г вальцованного или точно нарезанного каучука, подогретого в 10 $см^3$ безводного этанола.

2.2. Добавляют по каплям раствор эталона треххлористого железа (п. 1.1) до тех пор, пока не появится цвет, избегая избытка реактива.

Диалкилфенилендиамины дают розовый цвет, алкиларилфенилендиамины дают голубой цвет и диарилфенилендиамины дают зеленый цвет.

2.3. Если при выполнении операции, описанной в п. 2.2, отсутствует цвет, то проводят испытание для хинолинов смешением одинаковых количеств испытуемого раствора реактива, раствора трехсульфатного железа (п. 1.2) и раствора хлоргидрата гидроксиламина (п. 1.3).

Хинолины дают красный цвет. Мешают фенилендиамины.

2.4. Если при выполнении операции, описанной в п. 2.3, отсутствует цвет, то смешивают 10 $см^3$ п-нитроанилина (п. 1.4) с 10 $см^3$ раствора азотнокислого натрия (п. 1.5). Охлаждают смесь в ледяной бане и добавляют ее по каплям в испытуемый раствор реактива, сделав сначала ее кислой ледяной уксусной кислотой (п. 1.6).

Аминовые противостарители (фенил-β-нафталамин и т. д.) дают цвета от пурпурного до красного. Мешают фенилендиамины.

2.5. В испытуемый раствор реактива добавляют четыреххлористый титан (п. 1.7). Большинство производных фенола, за исключением несвязанных фенолов, дают красный цвет. Фенолоальдегидные смолы дают красный цвет.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР

2. Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 19.07.90 № 2219 международный стандарт ИСО 4645—84 «Резина и резиновые изделия. Руководство по идентификации противостарителей методом тонкослойной хроматографии» введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта СССР с 01.01.92

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Раздел, в котором приведена ссылка	Обозначение международного стандарта ИСО	Обозначение государственного стандарта
2, 5.8, 7.1	ИСО 1407—76	ГОСТ 24919—91

4. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2005 г.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 20.04.2005. Подписано в печать 12.05.2005. Усл. печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,90.
Тираж 53 экз. С 1024. Зак. 271.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru