МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ СТАБИЛИЗАТОРА ФЕНОЛЬНОГО ТИПА — ИОНОЛА

Издание официальное

БЗ 9—2004

Москва
Стандартинформ
2005

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.7:620.173:006.354 Группа Л69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Метод определения массовой доли стабилизатора фенольного типа — ионола

ГОСТ 28568—90

Synthetic rubbers.
Method for determination of ionol — the phenol-type stabilizer content

МКС 83.040.10
ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт распространяется на синтетические каучуки, заправленные неокрашивающим стабилизатором фенольного типа — ионолом, и устанавливает метод определения его массовой доли.

Метод заключается в экстрагировании стабилизатора из образца каучука и последующем хроматографическом определении массовой доли стабилизатора с применением внутреннего стандарта.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб и подготовку образцов проводят по ГОСТ 27109, если в нормативно-технической документации на конкретный вид каучука не указан другой способ отбора и подготовки.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка разделительная внутренним диаметром 3 мм и длиной 2,0—2,5 м.

Баня водяная.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Лупа измерительная с ценой деления 0,1 мм по ГОСТ 25706.

Секундомер.

Микрошприц типа МШ-10 вместимостью 10 мкл.

Колбы 2—25—2 и 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн(П) — 50(100) по ГОСТ 25336, снабженные обратными холодильниками ХПТ-1(2)—400(600)ХС или ХШ-1(2)ХС по ГОСТ 25336:

Пипетки вместимостью 1 $см^3$.

Ионол — эталонный образец.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Толуол по ГОСТ 5789.

Дифенил ч. д. а. (внутренний стандарт).

Раствор внутреннего стандарта, содержащий 0,02 г дифенила в 1 $см^3$ этилового спирта или спирто-толуольной смеси.

Носитель твердый — хроматон N-AW-DMCS с размерами частиц от 0,16 до 0,20 мм.

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990
© Стандартинформ, 2005

Фаза неподвижная — карбовакс 20 М. (Допускается применение других твердых носителей и неподвижной фазы, на которых стабилизатор и внутренний стандарт хорошо разделяются и на хроматограмме образуются симметричные пики.)

Газ-носитель — азот по ГОСТ 9293, ос. ч.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление спирто-толуольной смеси

Спирто-толуольную смесь готовят смешением спирта и толуола в объемном соотношении 70:30.

3.2. Приготовление раствора внутреннего стандарта

Растворяют дифенил в этиловом спирте или спирто-толуольной смеси в таком соотношении, чтобы 1 $см^3$ раствора содержал (0,020±0,001) г дифенила. Допускается использование ди-трет-бутилфенола или другого вещества, обеспечивающего полное разделение на хроматограмме пиков стабилизатора и внутреннего стандарта.

Раствор предохраняют от воздействия света.

3.3. Режим работы хроматографа

Насадка колонки — 15%-ный карбовакс 20 М на твердом носителе.

Длина колонки — 2,0—2,5 м.

Диаметр колонки — 3 мм.

Температура, °С:

колонки — 180;

испарителя — 220;

детектора — 220.

Давление азота — 0,12 МПа.

Объем вводимой пробы — 1,5—3,0 мкл.

Допускается проводить хроматографический анализ в других условиях (другие твердые носители и неподвижная фаза), позволяющих получать сопоставимые результаты.

3.4. Определение относительного поправочного коэффициента

В мерной колбе вместимостью 25 $см^3$ взвешивают (0,10±0,01) г эталонного образца стабилизатора и (0,10±0,01) г дифенила и растворяют в этиловом спирте или спирто-толуольной смеси. Объем содержимого колбы доводят до метки тем же растворителем.

Полученный раствор подвергают хроматографическому анализу.

Поправочный коэффициент (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{S_д \, m_с}{S_с \, m_д},$$

где $S_д$ и $S_с$ — площади пиков дифенила и стабилизатора, $см^3$;

$m_с$ и $m_д$ — массы стабилизатора и дифенила, г.

Площадь пиков можно определить на хроматограмме любым способом: измерением площадей планиметром, вычислением — высоту пика умножают на ширину в половине высоты или с помощью интегратора.

Пример хроматограммы стабилизатора ионола приведен в приложении.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Приготовление экстракта каучука

Взвешивают 1,0—1,5 г свежеразвальцованной и мелконарезанной пробы каучука, помещают в плоскодонную колбу и наливают 15 $см^3$ этилового спирта или спирто-толуольной смеси. Колбу присоединяют к холодильнику и кипятят ее содержимое на водяной бане в течение 1 ч. Затем колбу отсоединяют от холодильника и экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$.

Экстрагирование пробы в колбе проводят еще два раза с порциями этилового спирта или спирто-толуольной смеси по 15 $см^3$, сливая экстракты в ту же мерную колбу, и пипеткой добавляют 1 $см^3$ раствора внутреннего стандарта. Затем пробу в колбе промывают применяемым растворителем, сливают в ту же мерную колбу и доводят объем содержимого колбы до метки тем же растворителем.

4.2. Определение массовой доли стабилизатора

Полученный экстракт каучука дозируют в хроматограф с помощью микрошприца и подвергают хроматографическому анализу в условиях, описанных выше.

Проводят три параллельных определения.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю стабилизатора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{S_с \, K \, m_д \, 100}{S_д \, m},$$

где m — масса пробы каучука, взятой для испытания, г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов трех определений, отклонение которых от среднего значения не превышает 10 %.

5.2. Результаты испытаний записывают в протокол, содержащий:

марку и номер партии каучука;

наименование предприятия-изготовителя;

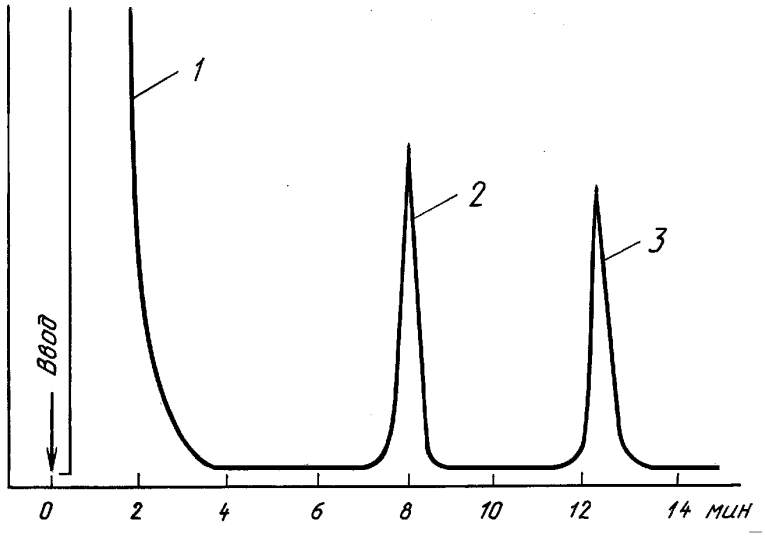
результаты испытания каждого образца и среднеарифметическое;

обозначение настоящего стандарта;

дату испытания.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Хроматограмма стабилизатора ионола (2,6-ди-*трет*-бутил-4-метил-фенол) и внутреннего стандарта— дифенила



1 — растворитель; *2* — ионол; *3* — дифенил

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ
   В.А. Кормер (руководитель темы); **Б.Г. Бабурин; Ю.Т. Каменев; Т.В. Быстрова; В.В. Колмакова; М.Н. Берман**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.05.90 № 1355**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6597—89**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 5789—78	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 9293—74	2	ГОСТ 25706—83	2
ГОСТ 18300—87	2	ГОСТ 27109—86	1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2005 г.**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 03.08.2005. Подписано в печать 10.08.2005. Формат 60×84$^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 50 экз. Зак. 540. С 1623.

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