



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ
СТАБИЛИЗАТОРА ФЕНОЛЬНОГО ТИПА — ИОНОЛА

ГОСТ 28568—90
(СТ СЭВ 6597—89)

Издание официальное

БЗ 3—90/298
5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ**Метод определения массовой доли стабилизатора
фенольного типа — ионола**Synthetic rubbers.
Method for determination of ionol —
the phenol-type stabilizer content**ГОСТ****28568—90****(СТ СЭВ 6597—89)**

ОКСТУ 2209

Срок действия с 01.01.91

до 01.01.98

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 по ГОСТ 5072.

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 1(2)—2—1 по ГОСТ 20292.

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 см³ этилового спирта или спирто-толуольной смеси.

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

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 см³ раствора содержал $(0,020 \pm 0,001)$ 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 % 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 см³ 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

$$K = \frac{S_d \cdot m_c}{S_c \cdot m_d},$$

где *S_d* и *S_c*— площади пиков дифенила и стабилизатора, см²;

m_c и *m_d* — массы стабилизатора и дифенила, г.

Площадь пиков можно определять 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 см³ 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 см³.

Экстрагирование пробы в колбе проводят еще два раза с порциями этилового спирта или спирто-толуольной смеси по 15 см³, сливая экстракты в ту же мерную колбу, и пипеткой добавляют 1 см³ 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

$$X = \frac{S_c \cdot K \cdot m_d \cdot 100}{S_d \cdot m},$$

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

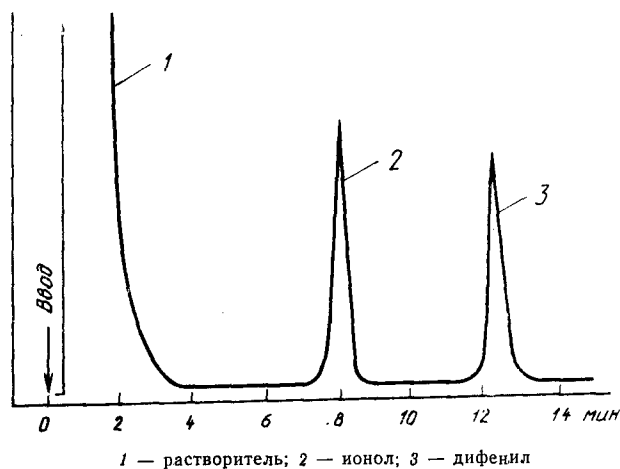
За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех определений, отклонение которых от среднего значения не превышает 10 %.

5.2. Результаты испытаний записывают в протокол, содержащий:

- марку и номер партии каучука;
- наименование предприятия-изготовителя;
- результаты испытания каждого образца и среднее арифметическое;
- обозначение настоящего стандарта;
- дату испытания.

ПРИЛОЖЕНИЕ

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



ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В. А. Кормер (руководитель темы); **Б. Г. Бабурин**; **Ю. Т. Камнев**; **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. Периодичность проверки** — 5 лет

- 4. Стандарт полностью соответствует** СТ СЭВ 6597—89

- 5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

- 6. 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 20292—74	2
ГОСТ 5072—79	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

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *О. Я. Чернецова*

Сдано в наб. 15.06.90 Подп. в печ. 09.03.90 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,30 уч.-изд. л.
Тир. 4000 Цена 5 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1041