
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 11089—
2013

КАУЧУК СИНТЕТИЧЕСКИЙ

Определение противостарителей методом
высокоэффективной жидкостной хроматографии

(ISO 11089:2010, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса», Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2013 г. № 59-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 |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Украина | UA | Минэкономразвития Украины |

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 11089:2010 Rubber, raw synthetic — Determination of antidegradants by highperformance liquid chromatography (Каучук синтетический. Определение противостарителей высокоэффективной жидкостной хроматографией).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности» технического комитета по стандартизации ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

В тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 марта 2014 г. № 258-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 11089—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2014

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 Сущность метода | 1 |
| 3 Материалы | 2 |
| 4 Аппаратура | 2 |
| 5 Условия хроматографирования | 2 |
| 6 Проведение испытания | 3 |
| 7 Оформление результатов | 3 |
| 8 Прецизионность | 3 |
| 9 Протокол испытания | 3 |
| Приложение А (справочное) Прецизионность | 4 |

КАУЧУК СИНТЕТИЧЕСКИЙ**Определение противостарителей методом
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

Raw synthetic rubber. Determination of antidegradants by high-performance liquid chromatography method

Дата введения — 2016—01—01

Предупреждение — Пользователи настоящего стандарта должны обладать навыками практической работы в лаборатории. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья, а также за соблюдение требований национального законодательства.

Предупреждение — При выполнении некоторых процедур, установленных настоящим стандартом, могут использоваться или образовываться вещества, или образовываться отходы, представляющие опасность для окружающей среды. Следует руководствоваться соответствующей документацией по безопасному обращению с веществами и утилизации отходов.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения в синтетических каучуках следующих противостарителей:

- N-алкил-N'-фенил-п-фенилендиамин;
- N-арил-N'-арил-п-фенилендиамин;
- поли-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина.

Масла, используемые для наполнения каучука, могут препятствовать определению противостарителей.

Настоящий метод при уточнении можно использовать для определения других аминовых противостарителей.

2 Сущность метода

Количественно экстрагируют из каучука противостаритель, отделяют от других экстрагированных компонентов высокоэффективной жидкостной хроматографией (ВЭЖХ), детектируют пики компонентов и измеряют их площади. Содержание противостарителя в каучуке вычисляют, сравнивая площади пиков компонентов такого же противостарителя известного содержания (контрольного), которые были определены при аналогичных условиях испытания.

Примечание — Хроматограмма некоторых противостарителей может содержать более одного пика компонентов и соотношение площадей пиков отдельных компонентов может быть разным в зависимости от используемого противостарителя. При использовании данного метода точные результаты получают, если анализируемый и контрольный противостаритель имеют одинаковое количество пиков компонентов с одинаковым соотношением их площадей. Если указанное условие не выполняется, получают недостоверные результаты с погрешностью, обусловленной разным составом контрольного и анализируемого противостарителя.

3 Материалы

3.1 Элюент А — смесь метанола (квалификации для ВЭЖХ) и 0,01 М водного раствора ацетата аммония (квалификации ч. д. а.) в объемном соотношении 1:1.

3.2 Элюент В: метанол (квалификации для ВЭЖХ).

3.3 Растворитель для экстрагирования — смесь изопропанола (квалификации для ВЭЖХ) и дихлорметана (квалификации для ВЭЖХ) в объемном соотношении 2:1.

4 Аппаратура

4.1 Хроматограф для высокоэффективной жидкостной хроматографии, обеспечивающий градиентное элюирование, оснащенный петлей-дозатором вместимостью 10 мм³, детектором с переменной длиной волны в ультрафиолетовой и видимой областях спектра, а также системой интегрирования и регистрации данных.

4.2 Колонка для обращенно-фазовой ВЭЖХ

Допускается использовать разные колонки, обеспечивающие удовлетворительное разделение пиков компонентов противостарителя от пиков других экстрагированных компонентов. Оценку метода проводили с использованием колонок, HYPERSIL ODS и SPHERI-5 ODS¹⁾ с размером частиц 5 мкм. При использовании колонок, отличающихся от указанных в настоящем стандарте, возможно внесение изменений в программу элюирования.

4.3 Ультразвуковая ванна вместимостью приблизительно 2 дм³, работающая при частоте 47,6 кГц ± 10 %.

Допускается использовать ультразвуковую ванну другой вместимости и рабочей частоты, обеспечивающую полную экстракцию противостарителя.

4.4 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,01 мг.

5 Условия хроматографирования

5.1 Насос А — элюент А (3.1).

5.2 Насос В — элюент В (3.2).

5.3 Расход — 0,25 см³/мин.

5.4 Температура термостата колонок — 40 °С.

5.5 Объем вводимой пробы — 10 мм³ (10 мкл).

5.6 Длина волны детектора для поли-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина — 233 нм, для другого стабилизатора — 295 нм.

5.7 Опорная длина волны — 550 нм.

5.8 Программа элюирования:

| Время, мин | Элюент А, % | Элюент В, % |
|------------|------------------------|-------------|
| 0 | 100 | 0 |
| 20 | 0 | 100 |
| 40 | 0 | 100 |
| 50 | 100 | 0 |
| 55 | Завершение элюирования | |

¹⁾ В продаже имеются колонки HYPERSIL ODS и SPHERI-5 ODS. Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекомендацией ISO по использованию данных колонок.

6 Проведение испытания

6.1 Вальцуют представительную пробу анализируемого каучука до толщины листа приблизительно 0,25–0,50 мм. Нарезают приблизительно 1 г тонко листованной пробы на небольшие кусочки площадью приблизительно 5 мм². Выполняют процедуру, приведенную в 6.2—6.10, два раза на двух испытываемых порциях пробы.

6.2 Взвешивают приблизительно 200 мг небольших кусочков с точностью до 0,1 мг и помещают каждую испытываемую порцию пробы в колбу вместимостью 20 см³.

6.3 Добавляют пипеткой точно 10 см³ растворителя для экстрагирования (3.3) и закрывают колбу пробкой.

6.4 Экстрагируют в ультразвуковой ванне (4.3) при температуре не выше 30 °С в течение 3 ч.

П р и м е ч а н и е — Если температура в ванне будет выше 30 °С, колба может лопнуть. При экстрагировании для поддержания температуры ванны ниже 30 °С может потребоваться периодическое добавление в ванну холодной воды.

6.5 Взвешивают с точностью до 0,01 мг контрольный противостаритель в количестве, приблизительно равном предполагаемому количеству противостарителя в испытываемой пробе, и помещают в колбу вместимостью 20 см³.

6.6 Добавляют пипеткой точно 10 см³ растворителя для экстрагирования (3.3), закрывают колбу пробкой и растворяют контрольный противостаритель, применяя при необходимости ультразвуковую ванну с температурой ниже 30 °С.

6.7 В колонку для ВЭЖХ (4.2) вводят 10 мм³ экстракта пробы каучука, полученного в соответствии с 6.4, и элюируют в соответствии с программой, приведенной в 5.8.

6.8 Регистрируют площади пиков противостарителя, содержащегося в пробе анализируемого каучука.

6.9 В колонку для ВЭЖХ (4.2) вводят 10 мм³ раствора контрольного противостарителя, приготовленного в соответствии с 6.4, и элюируют в соответствии с программой, приведенной в 5.8.

6.10 Регистрируют площади пиков контрольного противостарителя.

7 Оформление результатов

Вычисляют содержание противостарителя в пробе, %, при проведении каждого из двух определений по формуле

$$\text{содержание противостарителя} = \frac{m_s \cdot A_c}{m_c \cdot A_s} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_s — масса контрольного противостарителя, г;

A_c — площадь пиков противостарителя в испытываемой пробе;

m_c — масса испытываемой пробы анализируемого каучука, г;

A_s — площадь пиков контрольного противостарителя.

Регистрируют среднеарифметическое значение двух результатов.

8 Прецизионность

Сведения о прецизионности приведены в приложении А.

9 Протокол испытания

Протокол испытаний должен содержать:

- обозначение настоящего стандарта;
- информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- содержание противостарителя в пробе в процентах;
- дату проведения испытания.

Приложение А
(справочное)

Прецизионность

А.1 Общие положения

Программа межлабораторных испытаний (ИП) проводилась в 2008 г. по ISO/TR 9272:2005. Дополнительная информация по определению показателей прецизионности и терминологии, используемой в настоящем стандарте, приведена в ISO/TR 9272:2005.

При выполнении программы межлабораторных испытаний проводили испытания разных смесей, полученных добавлением 1 части (по массе) противостарителя к 100 частям (по массе) стандартного образца каучука SBR 1500. Одна смесь содержала N-1,3-диметилбутил-N'-фенил-л-фенилендиамин (6PPD), другая – N, N'-дитолил-л-фенилендиамин (DTPD), по одному противостарителю в каждой смеси. Смеси готовили на вальцах и кондиционировали при температуре окружающей среды.

В программе межлабораторных испытаний принимали участие 7 лабораторий, и поскольку прецизионность оценивалась при испытании непосредственно анализируемого материала (только с незначительной его подготовкой перед испытанием), в результате выполнения указанной программы была получена прецизионность типа 1.

А.2 Результаты оценки прецизионности

А.2.1 Результаты оценки прецизионности, полученные для каждой из двух смесей, приведены в таблице А.1. Результаты вычисляли с использованием методов, предполагающих исключение выбросов, по ISO/TR 9272:2005. В таблице А.1 также указано количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов. Общие положения, касающиеся использования результатов оценки прецизионности, приведены в А.2.2 и А.2.3 для абсолютных показателей прецизионности g и R и для относительных показателей прецизионности (g) и (R) соответственно.

Т а б л и ц а А.1 – Прецизионность определения содержания антиоксиданта в каучуке в процентах

| Материал | Среднее значение, % | Внутрилабораторная прецизионность | | | Межлабораторная прецизионность | | | Количество лабораторий ^{а)} |
|--------------------------------------|---------------------|-----------------------------------|------|-------|--------------------------------|------|-------|--------------------------------------|
| | | s_r | g | (g) | s_R | R | (R) | |
| 6PPD в SBR | 1,04 | 0,06 | 0,16 | 15,4 | 0,15 | 0,41 | 39,5 | 6 |
| DTPD в SBR | 1,14 | 0,11 | 0,31 | 27,4 | 0,11 | 0,31 | 27,4 | 5 |
| Общее среднее значение ^{б)} | 1,09 | 0,08 | 0,24 | 21,4 | 0,13 | 0,36 | 33,4 | |

^{а)} Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов; трехэтапный анализ; всего участвовало 7 лабораторий.
^{б)} Среднеарифметическое значение.

П р и м е ч а н и е — Использованы следующие обозначения:
 s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение;
 g — повторяемость (в единицах измерения);
 (g) — повторяемость (в процентах от среднего уровня);
 s_R — межлабораторное стандартное отклонение;
 R — воспроизводимость (в единицах измерения);
 (R) — воспроизводимость (в процентах от среднего уровня).

А.2.2 Повторяемость g

Повторяемость метода (внутрилабораторная прецизионность), установленная в результате оценки, составляет 0,24 %. Результаты двух единичных испытаний, полученные в одной и той же лаборатории, расхождение между которыми превышает 0,24 %, следует считать недостоверными (т. е. полученными из разных генеральных совокупностей) и требующими проведения соответствующей проверки.

А.2.3 Воспроизводимость R

Воспроизводимость (межлабораторная прецизионность) метода, установленная в результате оценки, составляет 0,36 %. Результаты двух единичных испытаний, полученные в разных лабораториях, расхождение между которыми превышает 0,36 %, следует считать недостоверными (т. е. полученными из разных генеральных совокупностей) и требующими проведения соответствующей проверки.

УДК 678.7:543.544.5.068.7:006.354

МКС 83.040/10

IDT

Ключевые слова: синтетический каучук, определение содержания противостарителей, высокоэффективная жидкостная хроматография

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *М.Н. Цыкаревой*

Сдано в набор 16.05.2014. Подписано в печать 26.05.2014. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 41 экз. Зак. 2175.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru