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

© Стандартинформ, 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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*-фенилендиамина;
- N-арил-N′-арил-*п*-фенилендиамина;
- 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.

Издание официальное

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 мм^3, 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 ODS[1)] 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 дм^3, 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 см^3/мин.

5.4 Температура термостата колонок — 40 °С.

5.5 Объем вводимой пробы — 10 мм^3 (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 мм^2. Выполняют процедуру, приведенную в 6.2—6.10, два раза на двух испытуемых порциях пробы.

6.2 Взвешивают приблизительно 200 мг небольших кусочков с точностью до 0,1 мг и помещают каждую испытуемую порцию пробы в колбу вместимостью 20 см^3.

6.3 Добавляют пипеткой точно 10 см^3 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.

Примечание — 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 испытуемой пробе, и помещают в колбу вместимостью 20 см^3.

6.6 Добавляют пипеткой точно 10 см^3 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 мм^3 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 мм^3 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

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

где m_S — масса контрольного противостарителя, г;

A_C — площадь пиков противостарителя в испытуемой пробе;

m_C — масса испытуемой 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:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

c) содержание противостарителя в пробе в процентах;

d) дату проведения испытания.

Приложение А
(справочное)

Прецизионность

А.1 Общие положения

Программа межлабораторных испытаний (ITP) 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-*п*-фенилендиамин (6PPD), другая – N, N′-дитолил-*п*-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 *r* и *R* и для относительных показателей прецизионности (*r*) и (*R*) соответственно.

Таблица А.1 – Прецизионность определения содержания антиоксиданта в каучуке в процентах

Материал	Среднее значение, %	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
		s_r	*r*	(*r*)	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[b)]	1,09	0,08	0,24	21,4	0,13	0,36	33,4	

[a)] Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов; трехэтапный анализ; всего участвовало 7 лабораторий.

[b)] Среднеарифметическое значение.

Примечание — Использованы следующие обозначения:

s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение;
r — повторяемость (в единицах измерения);
(*r*) — 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 *r*

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 (межлабораторные 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 60×84 1/8. 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

ИСО 11089-2013