

ГОСТ 28568—90

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

## КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

### МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ СТАБИЛИЗАТОРА ФЕНОЛЬНОГО ТИПА — ИОНОЛА

Издание официальное

БЗ 9—2004



Москва  
Стандартинформ  
2005

## 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<sup>3</sup>.  
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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора содержал (0,020±0,001) г дифенила. Допускается использование ди-трет-бутил-фенола 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<sup>3</sup> 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, см<sup>2</sup>;

$m_c$  и  $m_d$  — 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>.

Экстрагирование пробы в колбе проводят еще два раза с порциями этилового спирта или спирто-толуольной смеси по 15 см<sup>3</sup>, сливая экстракты в ту же мерную колбу, и пипеткой добавляют 1 см<sup>3</sup> 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

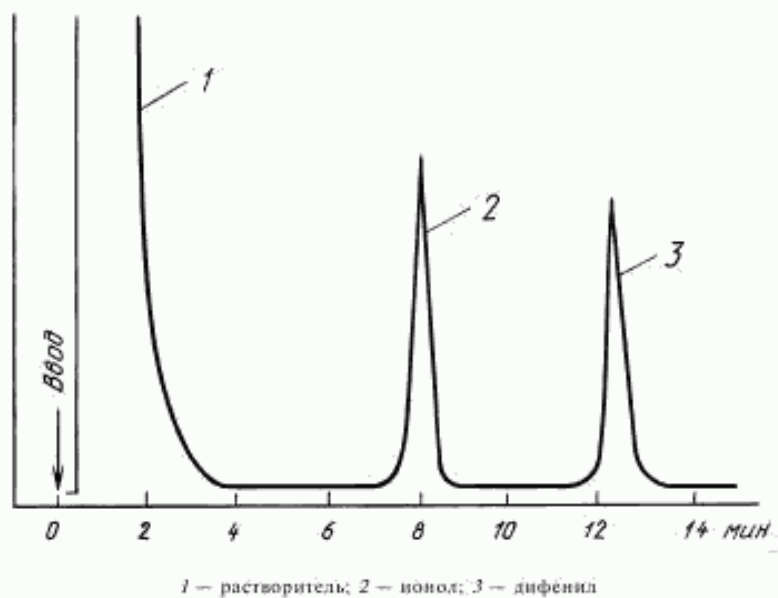
5.1. Массовую долю стабилизатора ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_2 K m_n 100}{S_n m},$$

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.

Хроматограмма стабилизатора ионола (2,6-ди-*tert*-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. Бабурии; 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.И. 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<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. 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.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)  
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ  
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.