

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 19334

Первое издание
2006-12-01

Связующие для красок и лаков. Живичная канифоль. Газохроматографический анализ

Binders for paints and varnishes – Gum rosin – Gas-chromatographic analysis

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19334:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d22a85e4-f9c5-43d7-9288-4c5d8fcad85b/iso-19334-2006>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 19334:2006(R)

© ISO 2006

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19334:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d22a85e4-f9c5-43d7-9288-4c5d8fcad85b/iso-19334-2006>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2006

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, то ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами Директив ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов заключается в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

Международный стандарт ISO 19334 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 35, *Краски и лаки*, Подкомитетом SC 10, *Методы испытания для связующих красок и лаков*.

[ISO 19334:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d22a85e4-f9c5-43d7-9288-4c5d8fcad85b/iso-19334-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d22a85e4-f9c5-43d7-9288-4c5d8fcad85b/iso-19334-2006>

Введение

Смоляные кислоты представляют собой важный промышленный материал, состоящий, главным образом, из смоляных кислот, но которые также содержат определенный нейтральный материал. Для многих областей применения важно знать уровень отдельных смоляных кислот, присутствующих в этих продуктах. Газовая хроматография оказалась надежным средством такого определения (см. стандарт ASTM D 509, *Стандартные методы испытаний при взятии проб и градуации канифоли*), и капиллярная хроматография, применяемая в этих методах испытания, рассматривается как наиболее эффективный газохроматографический метод, используемый в настоящее время.

Благодаря образованию водородной связи немодифицированные смоляные кислоты не могут улетучиваться при атмосферном давлении, не претерпевая разложения. Таким образом, необходимо преобразовать свободные кислоты в более летучие и более стабильные сложные метиловые эфиры перед хроматографическим разделением.

Настоящий стандарт описывает один из способов приготовления сложных метиловых эфиров. Классический метод заключается в использовании диазометана, однако диазометан является опасным и токсическим материалом, поэтому он больше не относится к числу предпочтительных агентов.

Гидроокись триметилфениламмония (ТМРАН) и гидроокись тетраметиламмония (ТМАН) являются удовлетворительными метилирующими агентами, так как они позволяют получить результаты, существенно однородные с результатами для диазометана, исключая риски, которые ассоциируются с последним.

N,N-диметилформаимиддиметилацетал (DMF-DMA) дает результаты, сравнимые с получаемыми для ТМРАН и ТМАН, и легок и безопасен в использовании. Вместе с тем реагент чувствителен к влаге и требует удаления из проб любых значительных уровней воды.

Настоящий международный стандарт устанавливает метод использования ТМАН.

Связующие для красок и лаков. Живичная канифоль. Газохроматографический анализ

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает газохроматографический метод определения количеств некоторых смоляных кислот в живичной канифоли, используя капиллярное газохроматографическое разделение летучих сложных метиловых эфиров этих кислот. Стандарт, главным образом, предназначается для идентификации живичной канифоли из специфических видов сосен. В случае необходимости в таких анализах должен применяться метод внутрифирменного стандарта, установленный в ASTM D 5974.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы являются обязательными для применения с настоящим международным стандартом. Для жестких ссылок применяются только указанное по тексту издание. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

GB 8145, *Живичная канифоль. Методы испытания канифоли*

ASTM D 509, *Стандартные методы испытания при отборе проб и градуации канифоли*

Закон о судовых запасах от 1923 г. (42 Stat 1435.7, USC 91-99), измененный в 1951 г.

3 Отбор проб

Берут типичный образец в соответствии с методиками, установленными в GB 8145, ASTM D 509 или Законе о судовых запасах от 1923 г. (42 Stat 1435.7, 91-99), измененный в 1951 г.

ПРИМЕЧАНИЕ Образцы канифоли подлежат свежему отделению от большой массы для гарантии того, что на полученные результаты не повлияет окисление канифоли.

4 Приготовление сложных метиловых эфир

4.1 Аппаратура

4.1.1 Газовый хроматограф

Используют инструмент, оснащенный пламенно-ионизационным детектором (FID), который может работать при условиях, приведенных в 5.1.

4.1.2 Колонна

Рекомендуемая (эталонная) колонна — это колонна из кварцевого стекла BDS длиной 25 м, внутреннего диаметра 0,32 мм и толщиной пленки 0,20 мк, которая дает разделение, эквивалентное или превышающее приведенное на Рисунках 1 – 3.

Если используются другие колонны, условия эксплуатации должны выбираться таким образом, чтобы полученное разделение оказалось эквивалентным или превышающим показанное на Рисунках с 1 по 3.

4.2 Реагенты и материалы

Химические продукты реагентного типа предпочтительно должны использоваться во всех анализах. Если используются другие типы, первоначально необходимо удостовериться, что данный реагент имеет достаточно высокую чистоту, которая позволяет его использовать без снижения точности определения.

4.2.1 Раствор гидроокиси тетраметиламмония (ТМАН), 24 % в метаноле, CAS № 75-59-2.

4.2.2 Раствор гидроокиси тетраметиламмония (ТМАН), 6 % в метаноле. Разбавляют 25 мл реагента, описанного в 4.2.1, 75 мл метанола.

4.2.3 Раствор фенолфталеина, 1 % (масса на объем) в метаноле.

4.2.4 Метанол, ангидридный.

4.2.5 Толуол, (факультативно)

4.3 Методика

Отвешивают приблизительно 50 мг пробы в соответствующий флакон и растворяют ее в 0,5 – 3,0 мл метанола. Добавляют 2 или 3 капли индикаторного раствора фенолфталеина и титруют на розовый цвет (рН 7,8 – 8,1) 6 % раствором ТМАН. При введении раствора в нагретое отверстие для ввода пробы хроматографа соли тетраметиламмония пиролизируются в сложные метиловые эфиры.

ПРИМЕЧАНИЕ Для ускорения растворения пробы твердой канифоли 2 или 3 капли толуола можно добавить во флакон перед введением ТМАН.

5 Газохроматографический анализ

5.1 Настройка газового хроматографа (GC)

Определяют условия GC таким образом, чтобы они приблизительно соответствовали нижеследующим (см. также последний абзац этого подраздела):

Температура колонны: 195 °C, изотермическая

Температура отверстия для ввода пробы: 300 °C

Прокладка отверстия для ввода пробы: стеклянный делитель

Температура детектора: 280 °C

Газ-носитель: водород или гелий

Линейный расход: 40 см/с

Отношение деления потока: 40 к 1

Детектор: FID

водород: 50 кПа

воздух: 100 кПа

Перечисленные условия являются типичными условиями эксплуатации для инструмента, использующего колонну BDS. Используемое специальное оборудование должно быть отрегулировано в соответствии с инструкциями изготовителя для оптимизации его рабочих характеристик. Непрерывная регулировка рабочей температуры и скорости потока могут потребоваться для обеспечения оптимального режима колонны вследствие старения.

5.2 Анализ

Вводят от 0,5 до 1,0 мл тест-пробы, приготовленной согласно 4.3.

ПРИМЕЧАНИЕ Разбавление пробы дополнительным растворителем может потребоваться для получения инъекций, которые не перегружают колонну или детектор.

5.3 Вычисление

Суммируют площади отдельных пиков, исключая пик растворителя, для получения общей пиковой площади.

Вычисляют относительный процент каждого присутствующего сложного метилового эфира смоляных кислот, нескорректированный на количество присутствующих полимерных материалов, с помощью формулы:

$$\text{Смоляная кислота (\%)} = \frac{A \times 100}{A_{\text{Tot}}}$$

где

A пиковая площадь для определяемого сложного метилового эфира смоляной кислоты;

A_{Tot} сумма площадей всех пиков сложных метиловых эфиров смоляной кислоты.

ПРИМЕЧАНИЕ См. Рисунки 1 – 3 относительно типичных хроматограмм выбранных живичных канифолей и Таблицу 1 относительно химического состава, определенных из этих и других аналогичных хроматограмм.

6 Протокол испытания

ISO 19334:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d22a85e4-f9c5-43d7-9288-4c5d8fcad85b/iso-19334-2006>
Протокол испытания должен содержать, по крайней мере, следующую информацию:

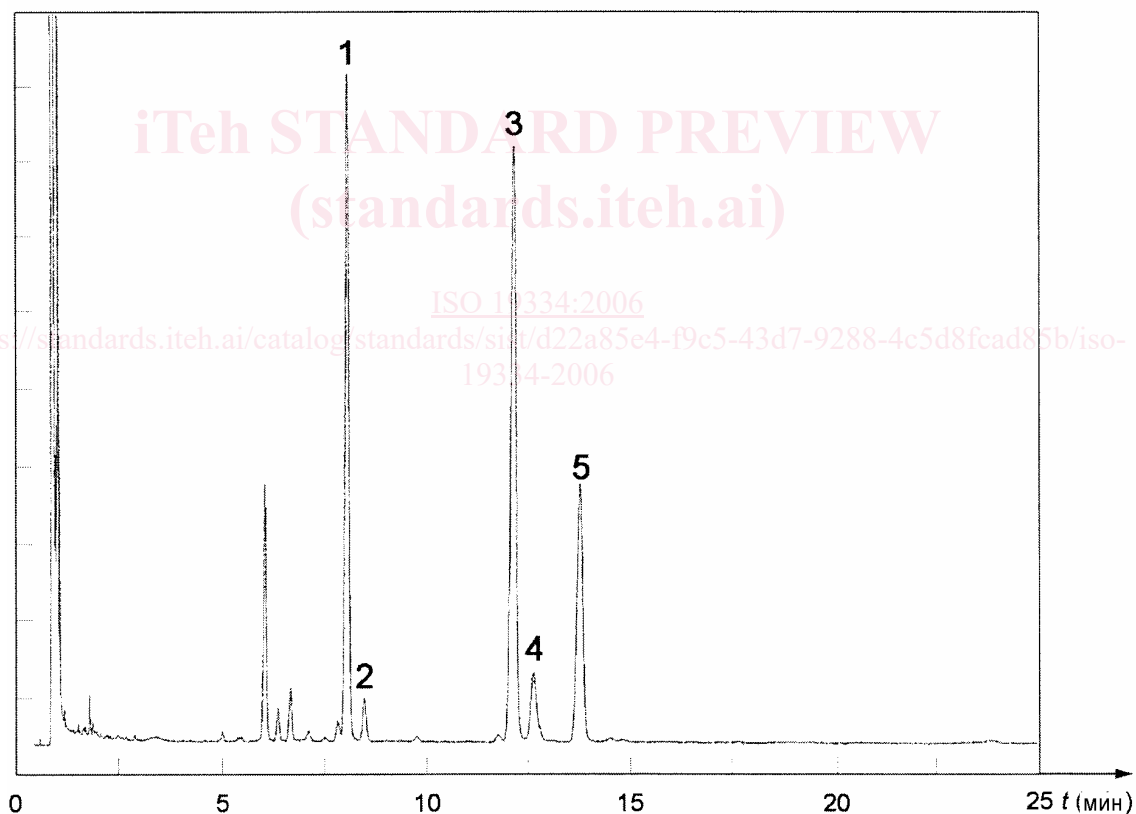
- a) все детали, необходимые для идентификации испытанного продукта;
- b) ссылку на настоящий международный стандарт (ISO 19334:2006);
- c) площадь (в %) отдельных смоляных кислот с точностью до 0,1%;
- d) сравнение с Таблицей 1 и Рисунками 1 – 3 идентичности смоляной кислоты;
- e) любое отклонение от заданного метода испытаний;
- f) дату проведения испытания.

Таблица 1 – Типичное содержание характеристических смоляных кислот в живичных канифолях из сосновых видов

(определено методов газовой хроматографии, установленном в настоящем международном стандарте)

Смоляная кислота	<i>Pinus massoniana</i> %	<i>Pinus merkusii</i> %	<i>Pinus elliotii</i> %	<i>Pinus pinaster</i> %	<i>Pinus caribaea</i> %	<i>Pinus simoa</i> %	Относительное время удержания
Коммуновая	0	0	5	0	1	0	0,588
Палюстровая	25	20	19	19	22	20	0,634
Изопимаровая	2	15	17	5	8	4	0,664
Абиетиновая	35	35	23	38	35	41	0,967
Дегидроабетиновая	4	5	5	6	7	4	1,000
Неоабетиновая	16	5	20	16	17	18	1,092
Меркулиновая	0	7	0	0	0	0	1,514

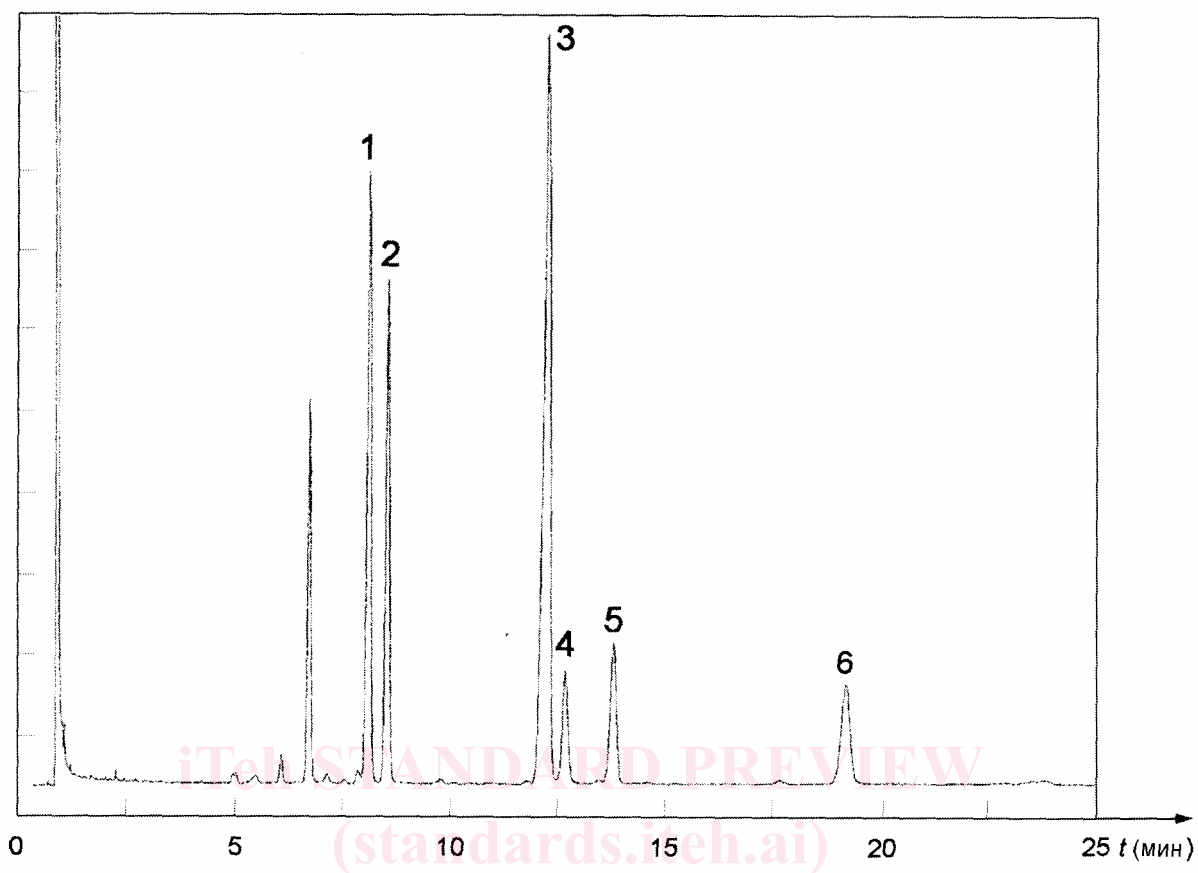
ПРИМЕЧАНИЕ Капиллярная газо-жидкостная хроматография (GLC). Маркированные пики элюированы как сложные метиловые эфиры. Перевод смоляных кислот в их производные сложного эфира посредством методики гидроокиси тетраметиламмония (ТМАН). Колонна: кварцевое стекло BDS, $l = 25$ м, $d = 0,32$ мм, толщина пленки = 0,2 мк, $T = 195$ °C (изотермическая), газ-носитель H_2 при 50 кПа



Обозначение

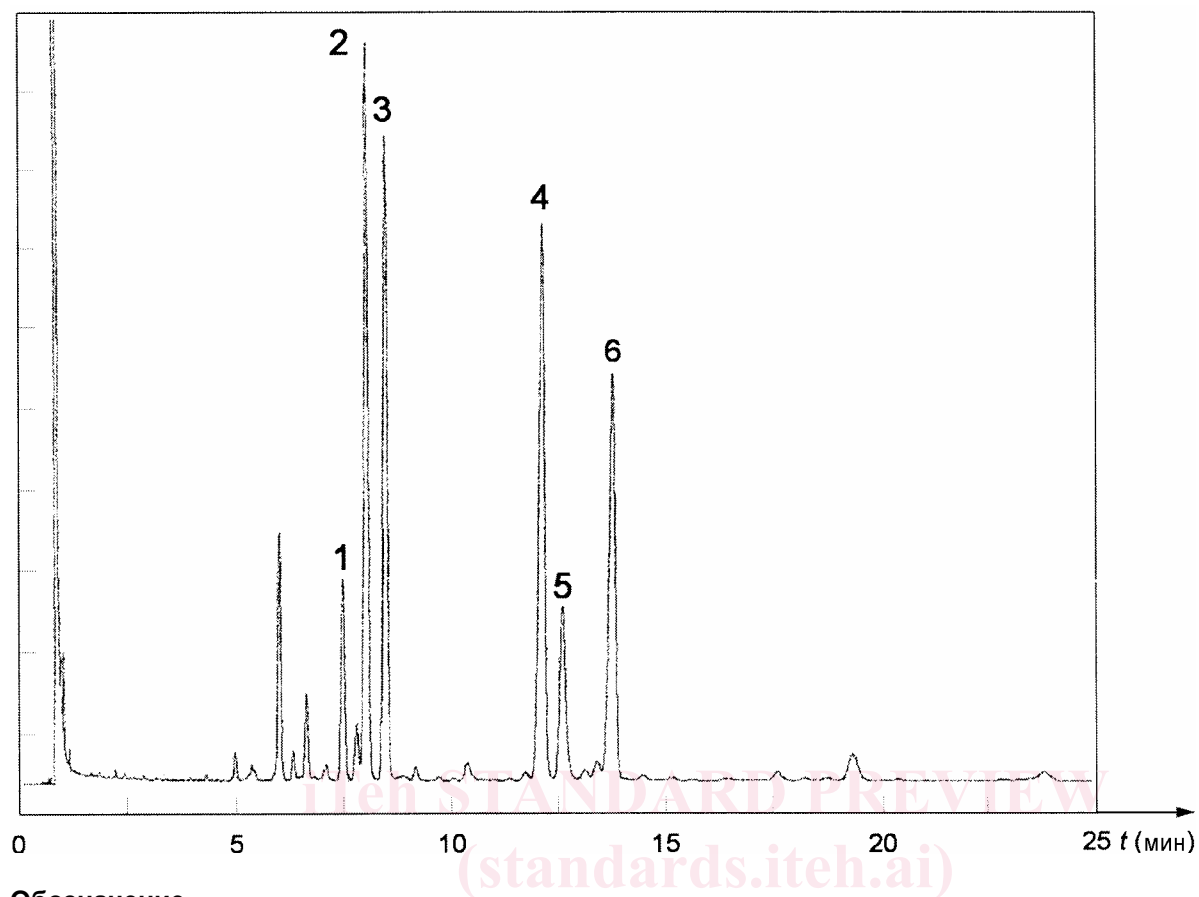
- 1 палюстровая кислота
- 2 изопимаровая кислота
- 3 абиетиновая кислота
- 4 дегидроабетиновая кислота
- 5 неоабетиновая кислота

Рисунок 1 – Хроматограмма сложных метиловых эфиров смоляных кислот из канифоли *Pinus massoniana*



- Обозначение**
- <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d22a85e4-f9c5-43d7-9288-4c5d8fcad85b/iso-19334-2006>
- 1 палюстровая кислота
 2 изопимаровая кислота
 3 абиетиновая кислота
 4 дегидроабиетиновая кислота
 5 неоабиетиновая кислота
 6 меркулиновая кислота

Рисунок 2 – Хроматограмма сложных метиловых эфиров смоляных кислот из канифоли *Pinus merkusii*



Обозначение

- 1 коммунальная кислота
- 2 палюстровая кислота
- 3 изопимаровая кислота
- 4 абиетиновая кислота
- 5 дегидроабиетиновая кислота
- 6 неоабиетиновая кислота

ISO 19334:2006

standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d22a85e4-f9c5-43d7-9288-4c5d8fcad85b/iso-19334-2006

Рисунок 3 – Хроматограмма сложных метиловых эфиров смоляных кислот из канифоли *Pinus elliotii*