

---

---

**Каучук синтетический. Определение стабилизаторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии**

*Rubber, raw synthetic — Determination of antidegradants by high-performance liquid chromatography*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 11089:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02716f68-d378-4b85-bbc9-8a671c800019/iso-11089-2010>

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



Ссылочный номер  
ISO 11089:2010(R)

**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 11089:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02716f68-d378-4b85-bbc9-8a671c800019/iso-11089-2010>



**ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2010

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

**Содержание**

Страница

Предисловие.....	iv
1 Область применения.....	1
2 Принцип .....	1
3 Материалы.....	2
4 Аппаратура .....	2
5 Условия хроматографирования .....	2
6 Проведение испытания .....	3
7 Выражение результатов.....	3
8 Прецизионность.....	4
9 Протокол испытания.....	4
Приложение А (информативное) Прецизионность.....	5

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 11089:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02716f68-d378-4b85-bbc9-8a671c800019/iso-11089-2010>

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой международное объединение национальных организаций по стандартизации (комитеты – члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно осуществляется через технические комитеты ISO. Каждая организация – член ISO может принимать участие в работе любого технического комитета по интересующему её вопросу. Другие международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в этой работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются организациям – членам ISO на голосование. Для публикации документа в качестве международного стандарта требуется одобрение не менее 75 % организаций – членов, участвующих в голосовании.

Необходимо иметь в виду, что некоторые вопросы настоящего международного стандарта могут быть предметом патентных прав. ISO не несет ответственности за установление частично или полностью таких прав.

Международный стандарт ISO 11089 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 2, *Испытания и анализы*.

Это второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 11089:1997), которое было технически пересмотрено (N-фенил-β-нафтиламин был исключен из списка определяемых стабилизаторов, стандарт дополнен Приложением А по точности).

# Каучук синтетический. Определение стабилизаторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ** – Применяющие настоящий международный стандарт должны быть хорошо знакомы с обычной лабораторной практикой. Стандарт не преследует цели отразить все проблемы безопасности, связанные с его использованием. На применяющих стандарт лежит ответственность по установлению необходимых правил безопасности и охраны здоровья и по обеспечению соответствия их национальным правилам и предписаниям.

**ОСТОРОЖНО** – Определенные процедуры, указанные в настоящем Стандарте, могут включать в себя использование или производство веществ, или производство отходов, что может послужить причиной местной экологической опасности. Следует сделать ссылку на соответствующую документацию по безопасному обращению и утилизации после использования.

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт описывает метод определения следующих стабилизаторов в синтетических каучуках:

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

Масла, при их наличии, могут влиять на результат определения.

Приведенный метод, при необходимости, модифицированный, может быть использован для определения других аминных стабилизаторов.

## 2 Принцип

Стабилизатор, количественно извлеченный из каучука экстракцией, отделяют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) от других экстрагированных компонентов, идентифицируют принадлежащие ему пики на хроматограмме и рассчитывают их площади. Концентрацию стабилизатора в каучуке рассчитывают, сравнивая общую площадь пиков его компонентов с площадью пиков известного количества того же стабилизатора, проанализированного в тех же условиях.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Некоторые стабилизаторы содержат пики более, чем одного компонента; соотношение площадей пиков отдельных его компонентов могут различаться в зависимости от сырья, из которого получен стабилизатор. Описанная процедура дает точные результаты при условии, что «эталонный» и анализируемый стабилизаторы имеют одинаковое количество пиков компонентов с тем же соотношением площадей пиков. Если это условие не выполняется, испытание приводит к получению неточных результатов, при этом величина погрешности зависит от разницы в составе между «эталонным» стабилизатором и испытываемой пробой.

### 3 Материалы

**3.1 Элюент А:** смесь метанола марки ВЭЖХ и 0,01 М водного раствора ацетата аммония марки ч.д.а. в соотношении 1:1 (по объему)

**3.2 Элюент В:** метанол марки ВЭЖХ

**3.3 Растворитель для экстракции:** смесь изопропанола марки ВЭЖХ и дихлорметана марки ВЭЖХ в соотношении 2:1 (по объему)

### 4 Аппаратура

**4.1 Прибор ВЭЖХ,** обеспечивающий градиентное элюирование, оснащенный инжектором объемом 10 мм<sup>3</sup> с закрепленным контуром, детектором с изменяемой длиной волны в диапазоне от ультрафиолетовой до видимой области и системой интегрирования и записи данных.

**4.2 Колонка ВЭЖХ,** с обратимой фазой

Можно использовать различные колонки при условии получения хорошего разделения пиков компонентов стабилизатора и других экстрагированных компонентов. В описанном методе использовали колонки, заполненные HYPERSIL ODS и SPHERI-5 ODS<sup>1)</sup> с размером частиц 5 мкм. Однако, если колонки отличаются от описанных в настоящем стандарте, может потребоваться модификация программы извлечения стабилизатора.

**4.3 Ультразвуковая ванна,** обычно вместимостью около 2 дм<sup>3</sup>, работающая при частоте 47,6 кГц ± 10 %.

Ультразвуковая ванна другой емкости и рабочей частоты может быть использована при условии, что экстракция стабилизатора является полной.

**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 Скорость потока:** 0,25 см<sup>3</sup>/мин.

**5.4 Температура термостата колонки:** 40 °С.

**5.5 Вводимый объем:** 10 мм<sup>3</sup> (10 мкл).

**5.6 Длина волны детектора:**

— поли-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолин: 233 нм;

— все другие стабилизаторы: 295 нм.

**5.7 Эталонная длина волны:** 550 нм.

---

1) HYPERSIL ODS и SPHERI-5 ODS приведены в качестве примеров подходящих продуктов, доступных на коммерческой основе. Эта информация приводится для удобства пользователей настоящего документа и не означает, что ISO рекомендует именно эти продукты.

## 5.8 Программа элюирования:

Продолжительность мин	Элюент А %	Элюент В %
0	100	0
20	0	100
40	0	100
50	100	0
55	Конец	

## 6 Проведение испытания

**6.1** Представительную пробу испытуемого каучука листуют на лабораторных вальцах до толщины от 0,25 мм до 0,5 мм. Нарезают около 1 г тонко листованной пробы на маленькие квадраты с размером стороны около 5 мм. Проводят процедуры, описанные в 6.2 – 6.10, параллельно на двух отобранных образцах.

**6.2** Взвешивают с точностью до 0,1 мг около 200 мг нарезанных кусочков каучука и помещают каждый образец в колбу вместимостью 20 см<sup>3</sup>.

**6.3** Добавляют пипеткой точно 10 см<sup>3</sup> растворителя для экстракции (3.3) и закрывают колбу пробкой.

**6.4** Проводят экстракцию в ультразвуковой ванне (4.3) в течение 3 ч при температуре, не превышающей 30 °С.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Если температура ванны превысит 30 °С, колба может разорваться. Поэтому может быть необходимо периодически добавлять холодную воду в ванну во время экстракции для поддержания температуры в ванне ниже 30 °С.

**6.5** Взвешивают с точностью до 0,01 мг количество «эталонного» стабилизатора, как можно более близкое к ожидаемому количеству стабилизатора в испытуемом образце, и помещают в колбу вместимостью 20 см<sup>3</sup>.

**6.6** Добавляют пипеткой точно 10 см<sup>3</sup> растворителя для экстракции (3.3), закрывают колбу и растворяют «эталонный» стабилизатор, используя ультразвуковую ванну с температурой ниже 30 °С, если необходимо.

**6.7** Вводят в колонку хроматографа (4.2) 10 мм<sup>3</sup> экстракта каучука, полученного по 6.4, и экстрагируют в соответствии с программой, указанной в 5.8.

**6.8** Записывают площади пиков пробы стабилизатора.

**6.9** Вводят в колонку хроматографа 10 мм<sup>3</sup> раствора «эталонного» стабилизатора, приготовленного по 6.6, и экстрагируют в соответствии с программой, указанной в 5.8.

**6.10** Записывают площади пиков «эталонного» стабилизатора.

## 7 Обработка результатов

Вычисляют концентрацию стабилизатора в пробе для каждого из двух определений, используя следующее уравнение:

$$\% \text{ стабилизатора} = \frac{m_s \times A_c}{m_c \times A_s} \times 100$$

где

## ISO 11089:2010(R)

$m_s$  масса, в миллиграммах, образца «эталонного» стабилизатора;

$m_c$  масса, в миллиграммах, образца испытуемого каучука;

$A_s$  площадь пиков «эталонного» стабилизатора;

$A_c$  площадь пиков стабилизатора в испытуемом каучуке.

Записывают среднее значение из двух результатов.

## 8 Прецизионность

См. Приложение А.

## 9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

- a) ссылку на настоящий международный стандарт;
- b) все подробности, необходимые для идентификации пробы;
- c) концентрацию стабилизатора в пробе, в процентах;
- d) дату испытания.

ITIH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 11089:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02716f68-d378-4b85-bbc9-8a671c800019/iso-11089-2010>

## Приложение А (информативное)

### Прецизионность

#### А.1 Общие положения

Программа межлабораторных испытаний (ПМИ) была проведена в 2008 году, используя процедуры определения прецизионности, описанные в ISO/TR 9272:2005, *Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности стандартов на методы испытаний*. Обращайтесь к этому изданию за получением подробностей и используемой терминологии по определению параметров прецизионности.

ПМИ проводилась на двух разных смесях, полученных добавлением 1 масс. части стабилизатора к 100 массовым частям каучука SBR 1500. Одна смесь содержала *N*-1,3-диметилбутил-*N'*-фенил-*p*-фенилендиамин (6PPD), другая смесь содержала *N,N'*-дитолил-*p*-фенилендиамин (DTPD) (по одному стабилизатору в каждой смеси). Смеси были приготовлены на вальцах при комнатной температуре.

В ПМИ принимали участие семь лабораторий и, поскольку прецизионность определялась непосредственно на испытуемом материале, ограничиваясь только подготовкой к испытанию, эта ПМИ определяет прецизионность типа 1.

#### А.2 Результаты определения прецизионности

**А.2.1** Результаты определения прецизионности, полученные для каждой из двух каучуковых смесей, приведены в Таблице А.1. Эти результаты рассчитаны с использованием процедуры исключения выбросов, описанной в ISO/TR 9272:2005. В Таблице А.1 приведено количество лабораторий, оставшихся после исключения лабораторий, которые давали выбросы. Общие правила использования результатов прецизионности приведены в А.2.2 и А.2.3 для абсолютной прецизионности,  $r$  и  $R$ , и для относительной прецизионности,  $(r)$  и  $(R)$ , соответственно.

**А.2.2 Повторяемость:** Повторяемость,  $r$ , метода испытания установлена как 0,24 %. Два единичных результата, полученных в условиях повторяемости, т.е. в той же лаборатории, которые отличаются более, чем на 0,24 % должны рассматриваться как сомнительные, т.е. относящиеся к разным наборам проб, и для принятия решения необходимы некоторые исследования.

**А.2.3 Воспроизводимость:** Воспроизводимость,  $R$ , метода испытания была установлена как 0,36 %. Два единичных результата, полученных в условиях воспроизводимости, т.е. в разных лабораториях, которые отличаются более, чем на 0,36 % должны рассматриваться как сомнительные, т.е. относящиеся к разным наборам проб, и для принятия решения необходимы некоторые исследования.

Таблица А.1 — Данные по прецизионности для содержания стабилизаторов в каучуке

Материал	Средний уровень %	Внутрилабораторная			Межлабораторная			Количество лабораторий <sup>а</sup>
		$s_r$	$r$	( $r$ )	$s_R$	$R$	( $R$ )	
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
Среднее значение <sup>б</sup>	1,09	0,08	0,24	21,4	0,13	0,36	33,4	

Использованные обозначения:

$s_r$  внутрилабораторное стандартное отклонение (в единицах измерения);

$r$  повторяемость (в единицах измерения);

( $r$ ) повторяемость (процент от среднего уровня);

$s_R$  межлабораторное стандартное отклонение (в единицах измерения);

$R$  воспроизводимость (в единицах измерения);

( $R$ ) воспроизводимость (процент от среднего уровня).

<sup>а</sup> Количество лабораторий после исключения выбросов; трехстадийный анализ; всего участвовали семь лабораторий.

<sup>б</sup> Рассчитанное простое среднее значение.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 11089:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02716f68-d378-4b85-bbc9-8a671c800019/iso-11089-2010>