
**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 19334:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7fc5458-82a1-469c-9d68-c6439602f339/iso-19334-2010>

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



Ссылочный номер
ISO 19334:2010(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 вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, 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, использованным 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 19334:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7fc5458-82a1-469c-9d68-c6439602f339/iso-19334-2010>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН 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 по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

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, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Главная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Обращается внимание на то, что некоторые элементы данного документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех таких патентных прав.

ISO 19334 был разработан Техническим комитетом ISO/TC 35, *Краски и лаки*, Подкомитетом SC 9, *Методы испытания связующих для красок и лаков*.

Настоящее второе издание отменяет первое издание (ISO 19336:2006), в котором была пересмотрена Таблица 1. Название *Pinus keyisia* было исправлено, и добавлены данные для содержания смоляной кислоты в *Pinus yunnanensis*.

Введение

Смоляные кислоты являются важными промышленными материалами, которые состоят главным образом из смоляных кислот, но также содержат и некоторый нейтральный материал. Для многих областей применения необходимо знать концентрацию отдельных смоляных кислот, присутствующих в этих продуктах. Газовая хроматография оказалась полезным инструментом для таких определений (см. ASTM D 509), и капиллярная хроматография, установленная в этих методах испытания, рассматривается как наиболее эффективный газохроматографический метод, существующий в настоящее время.

Вследствие водородной связи не модифицированные смоляные кислоты не могут улетучиваться при атмосферном давлении, не подвергаясь разложению. Поэтому необходимо преобразовать свободные кислоты в более летучие и более стабильные метиловые эфиры перед хроматографическим разделением.

Настоящий международный стандарт описывает один из способов приготовления метиловых эфиров. Классический метод состоит в использовании диазометана, но диазометан является опасным и токсическим материалом, и поэтому он больше не относится к предпочтительным агентам.

Гидроксид триметилфениламмония (ТМРАН) и гидроксид тетраметиламмония (ТМАН) являются удовлетворительными метилирующими агентами, так как оба дают результаты, весьма аналогичные результатам для диазометана, но без рисков, связанных с его использованием.

N,N-диметилформаид-диметилацетат (DMF-DMA) дает сравнимые результаты с полученными для ТМРАН и ТМАН и прост и безопасен в использовании. Однако этот реагент чувствителен к влаге, поэтому требуется, чтобы пробы не содержали никаких значительных количеств воды.

Настоящий международный стандарт устанавливает метод с использованием ТМАН.

Связующие для красок и лаков. Живичная канифоль. Газохроматографический анализ

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает газохроматографический метод для определения количеств некоторых смоляных кислот в живичной канифоли с использованием капиллярного газохроматографического разделения летучих метиловых эфиров этих кислот. Целью стандарта в первую очередь является идентификация живичной канифоли из специфических видов сосен. Он не предназначен для количественного анализа живичной канифоли. Если требуются такие анализы, следует использовать метод внутрифирменного эталона, установленный в ASTM D 5974.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. 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*

Naval Stores Act of 1923 (42 Stat 1435.7, USC 91-99) as amended in 1951

3 Отбор проб

Берут представительную пробу согласно процедурам, установленным в GB 8145, ASTM D 509, или согласно Акту о судовом имуществе от 1923 (42 Stat 1435.7, USC 91-99), измененному в 1951.

ПРИМЕЧАНИЕ Пробы канифоли, отделяемые от большой массы, должны быть свежими для гарантии того, что на результаты не повлияет окисление канифоли кислородом воздуха

4 Оборудование

4.1 Газовый хроматограф

Используют прибор, оснащенный пламенно-ионизационным детектором (FID), который может работать в условиях, приведенных в 7.1.

4.2 Колонка

Рекомендованная (эталонная) колонка представляет собой колонку из кварцевого стекла BDS длиной 25 м, внутренним диаметром 0,32 мм и с толщиной пленки 0,20 мкм, которая дает разделение эквивалентное или выше показанного на Рисунках 1 до 3.

Если используются другие колонки, рабочие условия должны выбираться таким образом, чтобы они были эквивалентны или лучше условий, представленных на Рисунках от 1 до 3.

5 Реагенты и материалы

Во всех анализах предпочтительно должны использоваться химические продукты реагентного типа. Если используются другие типы, сначала необходимо удостовериться, что данный реагент имеет достаточно высокую чистоту, позволяющую его использовать без снижения точности определения.

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

5.2 Раствор гидроксида тетраметиламмония (ТМАН), 6 % в метаноле. Разбавляют 25 мл реагента, описанного в 5.1, метанолом 75 мл.

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

5.4 Метанол, безводный

5.5 Тoluол (факультативно)

6 Приготовление метиловых эфиров

Отвешивают приблизительно 50 мг пробы в подходящий флакон и растворяют ее в объеме от 0,5 мл до 3,0 мл метанола. Добавляют от 2 до 3 капель индикаторного раствора фенолфталеина и титруют до розового цвета (pH 7,8 до 8,1) посредством 6 % раствора. Когда раствор вводят в нагретое инъекционное отверстие хроматографа, соли тетраметиламмония пиролизуются в метиловые эфиры.

ПРИМЕЧАНИЕ Для содействия растворению пробы твердой канифоли можно перед добавлением ТМАН добавить во флакон от 2 до 3 капли толуола.

7 Газохроматографический анализ

7.1 Настройка газового хроматографа (GC)

Устанавливают условия для GC, чтобы они приблизительно соответствовали нижеследующим (см. также последний параграф в этом подразделе):

Температура колонки:	195 °C, изотермическая
Температура инъекционного отверстия:	300 °C
Прокладка инъекционного отверстия:	стеклянный делитель
Температура детектора:	280 °C
Газ-носитель:	водород или гелий
Скорость линейного потока:	40 см/с
Отношение деления потока:	40 к 1
Детектор:	FID
	водород: 50 кПа
	воздух: 100 кПа

Эти условия являются типичными рабочими условиями для прибора, использующего колонку BDS. Конкретное используемое оборудование должно быть отрегулировано согласно инструкциям изготовителя для оптимизации его рабочих характеристик. Из-за старения колонки может потребоваться непрерывная регулировка рабочей температуры и скорости потока для поддержания её оптимальной работы.

7.2 Анализ

Вводят от 0,5 мкл до 1,0 мкл испытуемой пробы, приготовленной согласно Разделу 6.

ПРИМЕЧАНИЕ Может потребоваться разбавление пробы дополнительным растворителем для получения инъекций, которые не перегружают колонку или детектор.

7.3 Вычисление

Суммируют все площади отдельных пиков, исключая пик растворителя, чтобы получить общую пиковую площадь.

Вычисляют относительный процент каждого присутствующего метилового эфира смоляных кислот без поправки на количество присутствующих полимерных материалов, используя уравнение

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

где

A площадь пика для определяемого метилового эфира смоляной кислоты;

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

ПРИМЕЧАНИЕ См. на Рисунках 1 до 3 типичные хроматограммы выбранных живичных канифолей и в Таблице 1 их составы, определенные из этих и других таких хроматограмм.

8 Протокол испытания

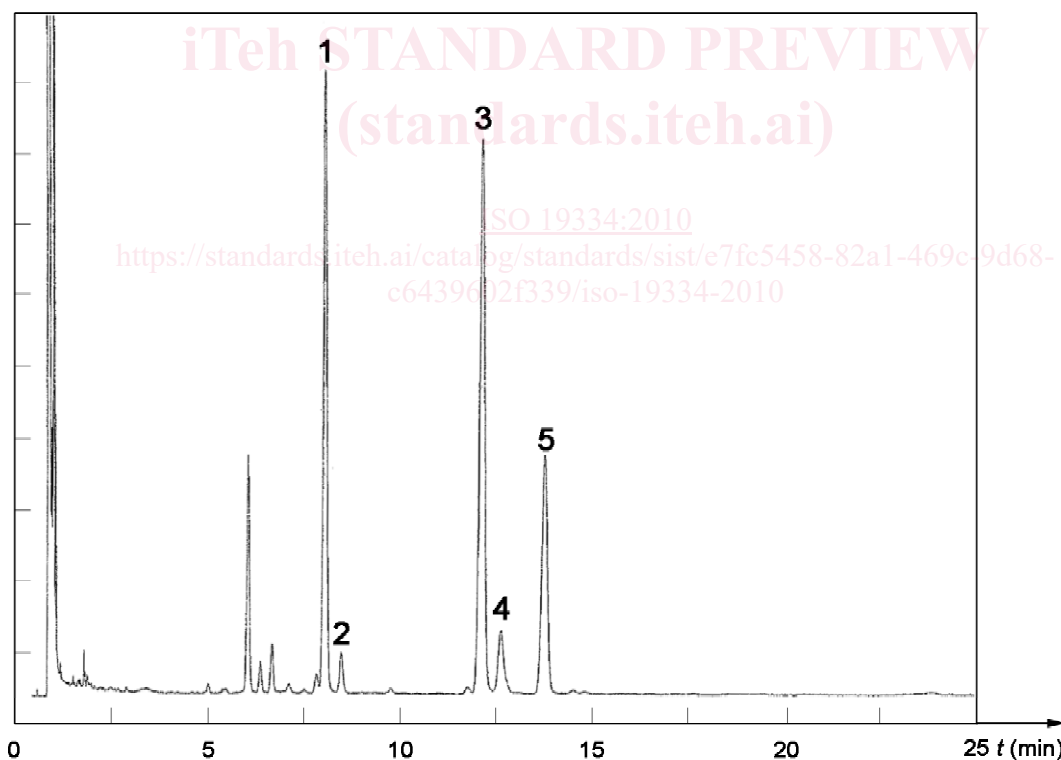
Протокол испытания должен как минимум включать следующую информацию:

- все детали для идентификации испытуемого продукта;
- ссылку на этот международный стандарт (ISO 19334:2010);
- площадь в процентах отдельных смоляных кислот с точностью до 0,1 %;
- идентичность живичной канифоли в соответствии с Таблицей 1 и Рисунками от 1 до 3;
- любое отклонение от установленного метода испытания;
- дату испытания.

Таблица 1. Типичное содержание характеристических смоляных кислот в живичных канифолях из сосновых видов
(определено газохроматографическим методом, установленным в этом международном стандарте)

Смоляная кислота	<i>Pinus massoniana</i>	<i>Pinus merkusii</i>	<i>Pinus elliottii</i>	<i>Pinus pinaster</i>	<i>Pinus caribaea</i>	<i>Pinus keyisia</i>	<i>Pinus yunnanensis</i>	Относительное время удержания
	%	%	%	%	%	%	%	
Коммуновая	0	0	5	0	1	0	0	0,588
Пальюстровая	25	20	19	19	22	20	26	0,634
Изопимаровая	2	15	17	5	8	4	6	0,664
Абиетиновая	35	35	23	38	35	41	31	0,967
Дегидроабиетиновая	4	5	5	6	7	4	5	1,000
Неоабиетиновая	16	5	20	16	17	18	22	1,092
Дикарбоновая (Мерсусис)	0	7	0	0	0	0	0	1,514

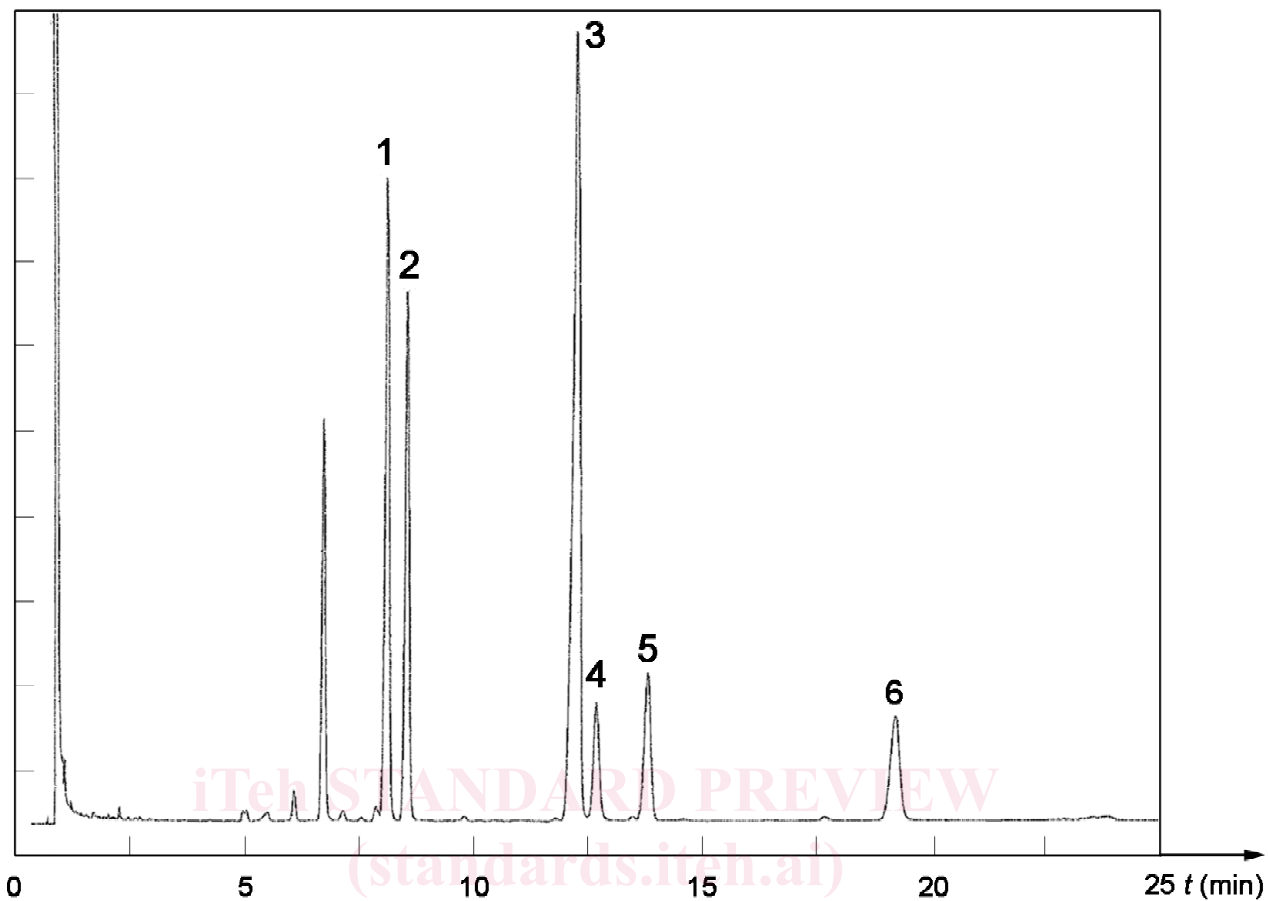
ПРИМЕЧАНИЕ Капиллярная газожидкостная хроматография (GLC). Маркированные пики, элюированные как метиловые эфиры. Превращение смоляных кислот в их метиловые производные методом с использованием гидроксида тетраметиламмония (ТМАН). Колонка: кварцевое стекло BDS, $l = 25$ м, $d = 0,32$ мм, толщина пленки = 0,2 мкм, $T = 195$ °C (изотермическая!), газ-носитель H_2 при 50 кПа.



Обозначение

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

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

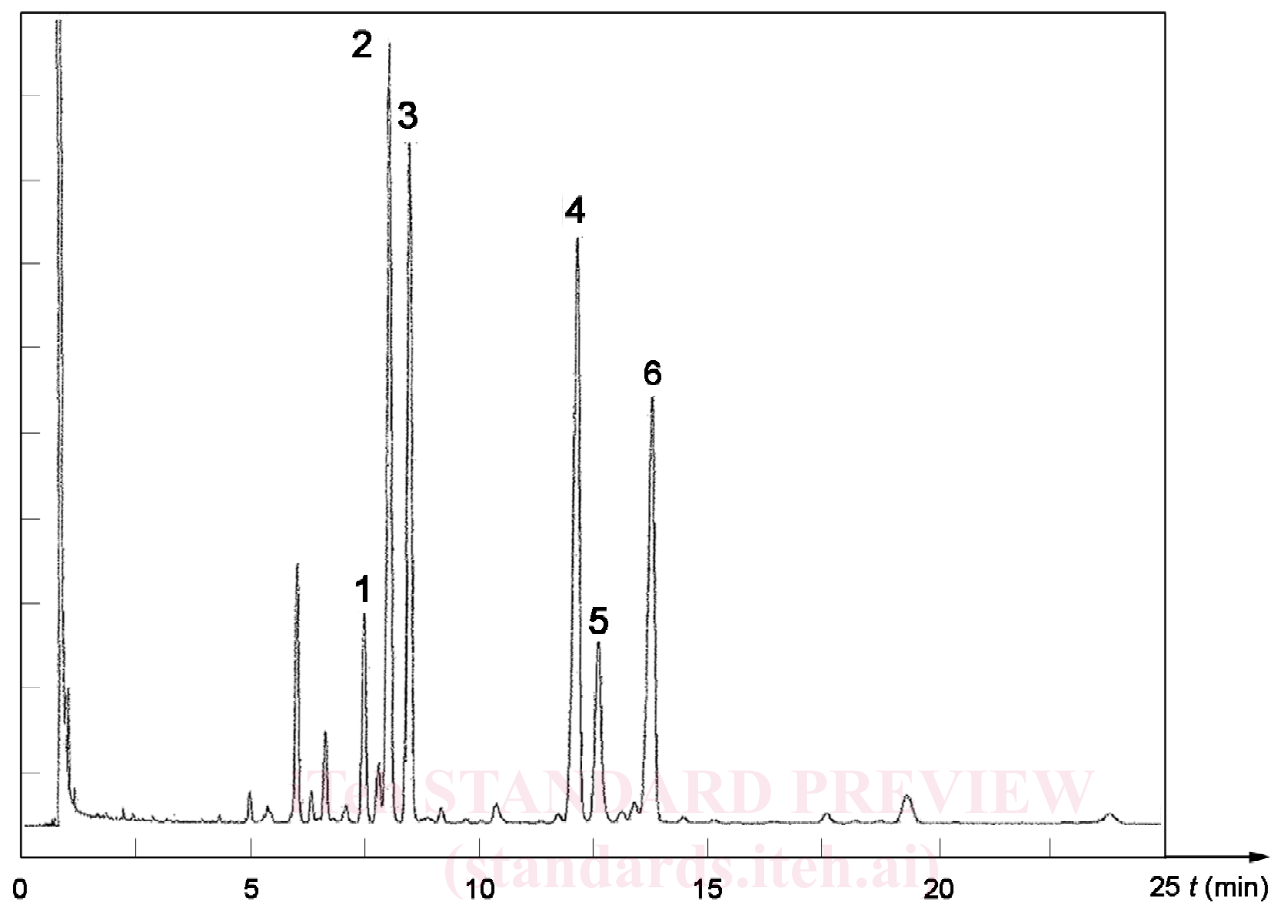
**Обозначение**

- 1 палюстровая кислота
 2 изопимаровая кислота
 3 абиетиновая кислота
 4 дегидроабиетиновая кислота
 5 неоабиетиновая кислота
 6 дикарбоновая смоляная кислота (mercusic)

ISO 19334:2010

ards.itteh.ai/catalog/standards/sist/e7fc5458-82a1-469c-9d68-
 c6439602f339/iso-19334-2010

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



Обозначение

- 1 коммуновая кислота
- 2 пальюстровая кислота
- 3 изопимаровая кислота
- 4 абиетиновая кислота
- 5 дегидроабиетиновая кислота
- 6 неоабиетиновая кислота

ISO 19334:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7fc5458-82a1-469c-9d68-c6439602f339/iso-19334-2010>

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