

Группа Л61

Изменение № 1 ГОСТ 11808—88 Латекс синтетический БС-30. Технические условия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21.10.94)

Дата введения 1995—07—01

За принятие проголосовали:

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ 11808—88)

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика Республика Армения Республика Беларусь Республика Грузия Республика Казахстан Кыргызская Республика	Азгосстандарт Армгосстандарт Белстандарт Грузстандарт Госстандарт Республики Казахстан Кыргызстандарт

(Продолжение см. с. 59)

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Молдова Российская Федерация Республика Узбекистан Украина	Молдовастандарт Госстандарт России Узгосстандарт Госстандарт Украины

Пункт 1.2.1. Таблица. Показатель 2 и нормы для него изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма	Методы испытаний
2. Массовая доля антиоксиданта в пересчете на сухое вещество, % П-23 или ВС-30А	1,0—1,5 0,5—1,0	По п. 3.3.1 По п. 3.3.2

графа «Методы испытаний». Заменить ссылки: 4.2 на 3.2, 4.3 на 3.3, 4.4 на 3.4, 4.5 на 3.5, 4.6 на 3.6, 4.7 на 3.7, 4.8 на 3.8.

Пункт 1.2.3. Заменить ссылку: ГОСТ 11109—74 на ГОСТ 11109—90.

Пункт 1.2.4.3 дополнить абзацем: «Контроль за предельно допустимой концентрацией паров стирала в воздухе производственных помещений проводят еженедельно».

Пункт 1.3. Четвертый абзац. Заменить союз: «и» на «и (или)».

Пункт 1.4. Заменить ссылку: ГОСТ 13950—84 на ГОСТ 13950—91.

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.2, 2.3: «2.2. Для проверки качества латекса на соответствие требованиям настоящего стандарта проводят приемосдаточные и периодические испытания.

Приемосдаточные испытания проводят по всем показателям, кроме стойкости латекса при разведении водой и массовой доли свободной щелочи.

2.3. Стойкость латекса при разведении водой и массовую долю свободной щелочи изготовитель проверяет периодически на каждой 20-й партии.

При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний изготовитель переводит испытание по данному показателю в категорию приемосдаточных до получения положительных результатов не менее чем на пяти партиях подряд.

Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции: «3.3. Определение массовой доли антиоксиданта в пересчете на сухое вещество

3.3.1. Определение массовой доли антиоксиданта П-23

3.3.1.1. Аппаратура, посуда, реактивы и материалы

Спектрофотометр типа СФ-16 или СФ-26 или другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

(Продолжение см. с. 60)

Баня водяная.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба К-1—100—14/23, 29/32 по ГОСТ 25336—82 с воздушным холодильником (длина трубки 1000 мм, диаметр 10—12 мм) на шлифах.

Колбы мерные 1—10, 1—100 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки вместимостью 1 см³.

Цилиндры мерные 1—10, 1—50 по ГОСТ 1770—74.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363—80, раствор 1 моль/дм³.

6 г гидроксида калия растворяют в 100 см³ этилового спирта. Раствор хранят в темном месте. При появлении желтого окрашивания готовят свежий раствор.

Антиоксидант П-23 по нормативной документации, перекристаллизованный из этилового спирта.

3.3.1.2. Определение коэффициента пропорциональности (градуировка)

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ берут навески антиоксиданта по 0,02 г, растворяют их в этиловом спирте, доводят объем до метки и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 10 см³ наливают 1 см³ спиртовой щелочи и доливают до метки раствором антиоксиданта (щелочной раствор).

В другую такую же колбу наливают 1 см³ этилового спирта и доливают до метки тем же раствором антиоксиданта (нейтральный раствор).

В рабочую кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм наливают щелочной раствор, а в аналогичную кювету сравнения — нейтральный раствор.

Разность оптических плотностей этих растворов измеряют при длине волны 303 и 350 нм.

Коэффициент пропорциональности (K) для каждого раствора вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{\Delta D_{303} - \Delta D_{350}}, \quad (1)$$

где ΔD_{303} , ΔD_{350} — разности оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов, измеренные при длине волны 303 и 350 нм;

m — масса навески антиоксиданта П-23, г.

При расчете результатов анализа берут среднее арифметическое пяти полученных значений коэффициента пропорциональности $K_{\text{ср}}$.

3.3.1.3. Подготовка пробы

Взвешивают мерный цилиндр вместимостью 10 см³ с 5 см³ латекса. Латекс выливают по каплям или тонкой струйкой в 50 см³ спирта, перемешивают в колбе вместимостью 100 см³. Цилиндр взвешивают снова и по разности масс определяют массу вылитого латекса. Колбу присоединяют к воздушному холодильнику и ее содержимое кипятят на воздушной бане в течение 30 мин. Спирт декантируют в мерную колбу вместимостью 100 см³, а к крошке латекса, оставшейся в колбе для экстрагирования, добавляют еще 40 см³ спирта и вновь кипятят 30 мин. Спирт сливают в ту же мерную колбу.

После охлаждения экстракт доводят до метки спиртом.

3.3.1.4. Проведение испытания

Готовят щелочной и нейтральный растворы как и при градуировке, заменяя раствор антиоксиданта экстрактом. В тех же условиях измеряют разность оптических плотностей этих растворов.

3.3.1.5. Обработка результатов

(Продолжение см. с. 61)

Массовую долю антиоксиданта П-23 в латексе в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(\Delta D_{303} - \Delta D_{350}) \cdot K_{\text{ср}} \cdot 100 \cdot 100}{X \cdot m_1} \quad (2)$$

где X — массовая доля сухого вещества латекса, определенная по п. 3.2, %;
 m_1 — масса навески латекса, г.

Вычисляют до второго десятичного знака.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,1 %.

За результат вычисления принимают среднее арифметическое значение двух определений, округленное до первого десятичного знака.

3.3.2. Определение массовой доли антиоксиданта ВС-30А

3.3.2.1. Аппаратура, посуда, реактивы и материалы

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка длиной 1 м, диаметром 3 мм.

Прибор для экстрагирования, состоящий из круглодонной колбы К-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82 с пришлифованным обратным холодильником (длина трубки 800—1000 мм, диаметр 12—14 мм).

Баня песчаная.

Весы лабораторные 2-го класса по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба Кн-2—250—18 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки вместимостью 2 см³.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25316—82.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—74.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706—83 или другие оптические приборы с ценой деления 0,1 мм.

Микрошприц типа МШ-10 М, вместимостью 10 мклм³.

Носитель твердый — хроматон N-AW-HMDS фракции от 0,250 до 0,315, силанизированный гексаметилдисилазаном.

Фаза неподвижная — апиэзон Z.

«Внутренний эталон» — эйкозан х. ч., раствор в метилэтилкетоне с концентрацией 0,003 г/см³.

Метилэтилкетон, ч. д. а., по нормативной документации.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Антиоксидант ВС-30А по нормативной документации.

Воздух сжатый.

Водород технический по ГОСТ 3022—80, марка А или высший сорт.

Газ-носитель: аргон по ГОСТ 10157—79 или гелий по нормативной документации.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88.

3.3.2.2. Подготовка к испытанию

3.3.2.2.1. Подготовка хроматографической колонки

Твердый носитель в объеме, превышающем на 10—12 % расчетный объем колонки, помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 см³. Фазу — апиэзон Z в количестве 5 % от массы твердого носителя растворяют в 50 см³ хлороформа и выливают в колбу с твердым носителем. После пропитки твердого носителя растворитель удаляют нагреванием на песчаной бане при перемешивании до сыпучего состояния. Приготовленным сорбентом заполняют чистую сухую хроматографическую колонку.

Подготовленную хроматографическую колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют в потоке газа-

(Продолжение см. с. 62)

носителя при температуре $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение 30 мин. Затем поднимают температуру до 120°C и кондиционируют еще 30 мин. После этого газ-носитель отключают, а температуру термостата поднимают до $(240 \pm 5)^\circ\text{C}$. При этой температуре колонку выдерживают 4 ч, после чего вновь включают газ-носитель и продувают ее при этой температуре еще 2 ч. Затем колонку охлаждают до температуры $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$, подсоединяют к детектору и устанавливают следующие параметры хроматографического разделения:

температура колонки, $^\circ\text{C}$	195
температура испарителя, $^\circ\text{C}$	280
скорость газа-носителя, $\text{см}^3/\text{мин}$	40

3.3.2.2.2. Определение калибровочного коэффициента

Взвешивают 0,1 г антиоксиданта ВС-30А и 0,1 г эйкозана и растворяют в 2 см^3 метилэтилкетона. С помощью микрошприца вводят в испаритель хроматографа 3—5 мкдм^3 этого раствора и проводят хроматографирование.

Калибровочный коэффициент (K_x) в процентах вычисляют по формуле

$$K_x = \frac{S_{\text{ст}} \cdot m_x}{S_x \cdot m_{\text{ст}}}, \quad (3)$$

где $S_{\text{ст}}$, S_x — площади «внутреннего эталона» и антиоксиданта ВС-30А, мм^2 ;

$m_{\text{ст}}$, m_x — масса «внутреннего эталона» и антиоксиданта ВС-30А, г.

3.3.2.3. Приготовление раствора «внутреннего эталона»

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,3 г эйкозана, растворяют его в 50—70 см^3 метилэтилкетона. Полученный раствор в мерной колбе доводят до метки этим же растворителем и перемешивают. Раствор содержит 0,003 г «внутреннего эталона» в 1 см^3 .

Раствор «внутреннего эталона» хранят в плотно закрытой склянке.

3.3.2.4. Проведение испытания

Взвешивают 2 см^3 латекса, помещают в колбу для экстрагирования, снабженную обратным холодильником, и экстрагируют спиртом дважды в течение 30 мин на песчаной бане, используя на каждую экстракцию по 20 см^3 этилового спирта. Экстракт сливают в коническую колбу. Колбу с экстрагируемым латексом ополаскивают 10 см^3 этилового спирта и сливают в колбу с экстрактом.

Экстракт в колбе упаривают на песчаной бане до объема 0,5 см^3 , затем добавляют 2 см^3 раствора «внутреннего эталона» и перемешивают. С помощью микрошприца вводят в испаритель хроматографа 1—3 мкдм^3 подготовленной пробы и проводят хроматографирование (черт. 1).

3.3.2.5. Обработка результатов

Массовую долю антиоксиданта ВС-30А в латексе в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X'_1 = \frac{K_x \cdot S_x \cdot m_2 \cdot 100}{S_{\text{ст}} \cdot m_3 \cdot X} \cdot 100, \quad (1)$$

где K_x — калибровочный коэффициент;

S_x , $S_{\text{ст}}$ — площади пиков антиоксиданта ВС-30А и «внутреннего эталона», мм^2 ;

m_3 — масса пробы латекса, взятая для анализа, г;

X — массовая доля сухого вещества латекса, определенная по п. 3.2, %;

m_2 — масса раствора введенного «внутреннего эталона».

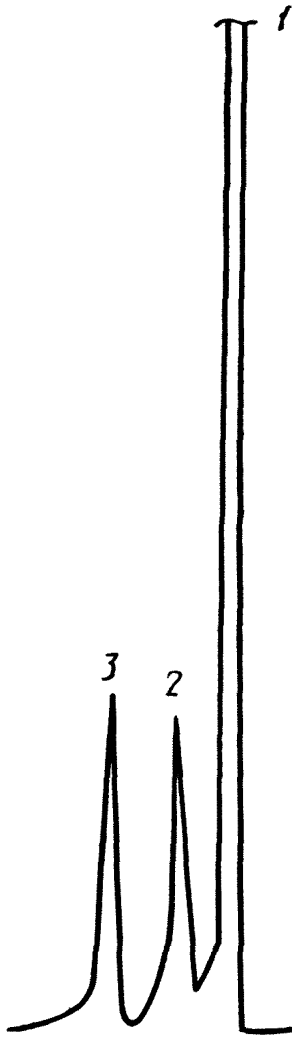
Вычисляют до второго десятичного знака.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,1 % масс.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений, округленное до первого десятичного знака.

(Продолжение см. с. 63)

Типовая хроматограмма определения антиоксиданта ВС-30А в латексе



1 — растворитель; 2 — антиоксидант
ВС-30А; 3 — эйкозан («внутренний эталон»)

Черт. 1

Пункт 3.6.1. Второй абзац. Исключить слово: «точности»;
заменить ссылку: ГОСТ 24104—80 на ГОСТ 24104—88.

Пункт 3.6.3. Заменить нумерацию формулы: (2) на (5).

Пункт 3.7.1. Исключить слова: «по нормативно-технической документации».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.7.1а:

(Продолжение см. с. 64)

«3.7.1а. Хроматографический метод

3.7.1а.1. Аппаратура, посуда, реактивы и материалы

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка хроматографическая из нержавеющей стали длиной 1 м, диаметром 3 мм.

Печь муфельная, обеспечивающая нагревание до температуры 1100°С.

Баня водяная.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба К-2—500—34 ТХС по ГОСТ 25335—82.

Колба 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка вместимостью 1 см³.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—74.

Лупа измерительная по ГОСТ 25705—83 или другие оптические приборы с ценой деления 0,1 мм.

Линейка измерительная по ГОСТ 427—75.

Микрошприц типа МШ-1М, МШ-10М или газохром.

Носитель твердый диатомитового типа целит-545 с размерами частиц от 0,200 до 0,315 мм или другой, обеспечивающий аналогичное разделение.

Фаза неподвижная — апнезон L.

Раствор эмульгатора — 5 %-ный раствор алкилсульфоната натрия или 3 %-ный водный раствор сульфанола.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

N-декан по нормативной документации.

Воздух сжатый.

Водород технический по ГОСТ 3022—80, марка А или высший сорт.

Газ-носитель: азот технический по ГОСТ 9293—74 или аргон по ГОСТ 10157—79 или гелий по нормативной документации.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88.

Допускается применять аппаратуру и посуду с техническими и метрологическими характеристиками, обеспечивающими точность измерения в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

3.7.1а.2. Подготовка к испытанию

3.7.1а.2.1. Подготовка хроматографической колонки

Твердый носитель прокалывают в муфельной печи при температуре (1000 ± 10) °С в течение 3 ч и в объеме, превышающем на 10—12 % расчетный объем колонки, помещают в круглодонную колбу вместимостью 500 см³. Фазу — апнезон L в количестве 5%, от массы твердого носителя растворяют в 50 см³ хлороформа и выливают в колбу с твердым носителем. Добавляют хлороформ, чтобы верхний слой растворителя над твердым носителем составлял 1—2 см. Содержимое колбы тщательно перемешивают, периодически встряхивая в течение 15—20 мин, после чего колбу помещают на водяную баню и удаляют хлороформ до полного отсутствия запаха.

Подготовку колонки и ее заполнение сорбентом выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа. Колонку устанавливают в термостат и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем, повышая температуру ступенчато на 10—15°С в час до температуры 240°С. Затем колонку охлаждают до температуры (23 ± 5) °С, подсоединяют к детектору и устанавливают следующие параметры хроматографического разделения:

температура колонки, °С	90 ± 10
температура детектора, °С	150
температура испарителя, °С	150
расход газа-носителя, дм ³ /ч	3—4

(Продолжение см. с. 65)

3.7.1a.2.2. *Приготовление раствора «внутреннего эталона»*

В предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 0,5—1,0 г н-декана и снова взвешивают с той же точностью.

В колбу добавляют 50—70 см³ этилового спирта, тщательно перемешивают, доводят до метки спиртом и вновь перемешивают. Массовую долю н-декана в растворе (С) вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{100} , \quad (6)$$

где m — масса навески н-декана, г;

100 — объем раствора «внутреннего эталона», см³.

3.7.1a.3. *Проведение испытания*

В предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 1,8—2,2 г латекса и снова взвешивают с той же точностью. Добавляют 40 см³ раствора эмульгатора, 1 см³ раствора «внутреннего эталона» и осторожно перемешивают содержимое колбы. Затем объем жидкости в колбе доводят до метки раствором эмульгатора и снова перемешивают.

Подготовленную пробу микрошприцем вводят в испаритель хроматографа и снимают хроматограмму.

При использовании в качестве эмульгатора сульфанола после 3—5-кратного ввода пробы колонку продувают при температуре 180—200 °С в течение 1—2 ч.

3.7.1a.4. *Обработка результатов*

Массовую долю незаполимеризованного стирола в латексе (X'_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X'_3 = \frac{m_1 \cdot S \cdot 100}{S_0 \cdot m_2} , \quad (7)$$

где m_1 — масса «внутреннего эталона», г;

S — площадь пика стирола, мм²;

(Продолжение см. с. 66)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ 11808—88)

S_0 — площадь пика «внутреннего эталона», мм²;

m_2 — масса пробы латекса, г.

Вычисляют до второго десятичного знака.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,01 % масс.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений, округленное до первого десятичного знака.

Пункт 3.7.2.1. Четвертый абзац. Исключить слово: «точности»;

заменить ссылки: ГОСТ 10003—81 на ГОСТ 10003—90, ГОСТ 24104—80 на ГОСТ 24104—88.

Пункт 3.7.2.2. Третий абзац. Заменить значение: 278—298 на 273—300, 282 на 291;

заменить нумерацию формулы: (3) на (8).

Пункт 3.7.2.5. Заменить нумерацию формулы: (4) на (9).

Пункт 3.8.1. Второй абзац. Исключить слова: «Колонка с пламенно-ионизационным детектором»;

четвертый абзац. Заменить слово: «чертеж» на «черт. 2»; чертеж дополнить подрисуночной подписью: «Черт. 2»;

шестой абзац. Исключить слово: «точности»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «колба 1—1000» на «колба П-1—1000»;

заменить ссылки: ГОСТ 24104—80 на ГОСТ 24104—88, ГОСТ 5072—79 на «по нормативной документации».

Пункт 3.8.2. Первый абзац. Заменить слова: «толстостенную колбу» на «толстостенную колбу, обернутую в капроновую или металлическую сетку»;

второй абзац. Заменить слова: «(склянку Бунзена)» на «(склянку Бунзена), обернутую в капроновую или металлическую сетку».

Пункт 3.8.4. Заменить обозначение: S_i на S ;

заменить нумерацию формул: (5) на (10), (6) на (11), (7) на (12).

(ИУС № 5 1995 г.)