

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**  
**ЕДИНАЯ СИСТЕМА ЗАЩИТЫ ОТ КОРРОЗИИ И СТАРЕНИЯ**

**МАТЕРИАЛЫ ПОЛИМЕРНЫЕ**

**Методы определения изменения содержания пластификатора при старении**

**Unified system of corrosion and ageing protection. Polymeric materials.**  
**Methods of determining variation of plasticizer content with ageing**

ОКСТУ 0009

Дата введения 1992-01-01

**ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным Комитетом СССР по управлению качеством продукции и стандартам

РАЗРАБОТЧИКИ:

Х.Н. Фидлер, канд. техн. наук; В.В. Скрибачилин, канд. техн. наук; Р.П. Брагинский, канд. техн. наук; К.З. Гумаргалиева, канд. хим. наук; Л.П. Котова; Д.В. Замбахидзе, канд. техн. наук; О.А. Хачатурова; А.А. Рыжков, канд. хим. наук; А.И. Соловьев, Т.В. Головина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 22.03.91 N 317

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ:

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта, приложения |
|-----------------------------------------|-------------------------------------|
| ГОСТ 9.715-86                           | 3.1.2                               |
| ГОСТ 12.1.004-85                        | Разд.5                              |
| ГОСТ 12.1.007-76                        | Разд.5                              |
| ГОСТ 12.1.019-79                        | Разд.5                              |
| ГОСТ 12.3.002-75                        | Разд.5                              |
| ГОСТ 12.3.019-80                        | Разд.5                              |
| ГОСТ 1770-74                            | 1.3                                 |
| ГОСТ 2603-79                            | Приложение                          |
| ГОСТ 3022-80                            | 1.3                                 |
| ГОСТ 3118-77                            | 1.3                                 |

|                     |                        |
|---------------------|------------------------|
| ГОСТ 3826-82        | 1.2.2, 1.3             |
| ГОСТ 3956-76        | 3.1.2                  |
| ГОСТ 5556-81        | 1.3                    |
| ГОСТ 5789-78        | Приложение             |
| ГОСТ 5960-72        | 3.1.2                  |
| ГОСТ 5962-67        | 2.2, 3.2, 1.2, 3.2.3.2 |
| ГОСТ 9147-80        | 3.1.2                  |
| ГОСТ 9293-74        | 1.3                    |
| ГОСТ 10455-80       | Приложение             |
| ГОСТ 12026-76       | 1.3                    |
| ГОСТ 13647-78       | Приложение             |
| ГОСТ 20289-74       | Приложение             |
| ГОСТ 21241-89       | 2.2                    |
| ГОСТ 24104-88       | 1.3, 3.1.2             |
| ГОСТ 25336-82       | 1.3, 3.1.2             |
| ОСТ 16.0.801.397-87 | 1.3                    |

Настоящий стандарт распространяется на пластифицированные полимерные материалы (материалы) и устанавливает методы определения изменения содержания пластификатора при старении.

Методы 1-3 предназначены для оценки изменения содержания пластификатора по изменению массы образца при нагревании газожидкостной хроматографии (метод 1), инфракрасной спектроскопии (метод 2), термогравиметрии (метод 3).

Метод 4 предназначен для прогнозирования изменения содержания пластификатора в образце материала вследствие термического старения путем оценки кинетики диффузионной десорбции пластификатора по изменению массы образца при нагревании. Метод 4 распространяется только на материалы и изделия из поливинилхлорида.

## 1. МЕТОД 1

1.1. Сущность метода заключается в том, что до и после старения содержание пластификатора в полимерном материале определяется экстрагированием из пробы измельченного материала селективным растворителем, растворяющим пластификатор, но не растворяющим полимерную основу и другие добавки. Идентификацию и количественное определение пластификатора в экстракте осуществляют с применением газожидкостной хроматографии.

### 1.2. Отбор проб

1.2.1. Для приготовления пробы берут навеску полимерного материала массой по  $(20 \pm 1)$  г из десяти мест каждой партии материала или изделия.

1.2.2. Пробу для испытания готовят измельчением полимерного материала до частиц, проходящих без остатка через сетку N 1 и остающихся на сетке N 05 по ГОСТ 3826.

1.2.3. Пробы, полученные по п.1.2.2, смешивают и методом ручного квартования отбирают среднюю пробу массой  $(55 \pm 1)$  г.

### 1.3. Аппаратура. Реактивы. Материалы

Приспособление для измельчения полимерных материалов:

колбы мерные 2-го класса точности, вместимостью 250 и 50 см<sup>3</sup>, исполнения 2 по ГОСТ 1770;

насадка для экстрагирования вместимостью 100 см<sup>3</sup> из термически стойкого стекла по ГОСТ 25336;

колба круглодонная с взаимозаменяемым конусом, исполнения 1, вместимостью 250 см<sup>3</sup> из термически стойкого стекла по ГОСТ 25336;

холодильник шариковый с взаимозаменяемым конусом исполнения 2 из химически стойкого стекла по ГОСТ 25336;

сетки N 1 и 05 по ГОСТ 3826;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

баня водяная с электрическим обогревом или колбонагреватель;

патроны экстракционные диаметром от 30 до 37 мм и высотой от 90 до 100 мм из фильтровальной бумаги марки Ф по ГОСТ 12026 или патрон стеклянный с пористым дном, который допускается применять, если частицы экстрагируемой пробы не проходят через пористое дно;

хроматограф газожидкостный, снабженный пламенно-ионизационным детектором, аналитические колонки к нему из стекла или нержавеющей стали длиной 1 м, диаметром 3-4 мм из комплекта хроматографа;

микрошприцы вместимостью 50, 10 и 5 мкл из комплекта хроматографа;

азот газообразный ос. ч. по ГОСТ 9293;

водород электролитический по ГОСТ 3022;

сорбент хроматографический для анализа пластификаторов (приложение);

кислота соляная по ГОСТ 3118;

кусочки неглазированного фарфора;

вата по ГОСТ 5556;

растворитель селективный квалификации х.ч. или ч.д.а. (см. приложение);

электропечь лабораторная, обеспечивающая поддержание температуры от 50 до 350 °С с погрешностью не более ±2 °С по ОСТ 16.0.801.397.

#### 1.4. Подготовка к испытаниям

1.4.1. Готовят образцовый раствор пластификатора для калибровки хроматографа. Для этого навеску пластификатора массой 1,25 г, взвешенную на часовом стекле с погрешностью не более ±0,0002 г, растворяют в селективном растворителе, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, выдерживают при температуре (20±1) °С и доводят растворителем до метки. Концентрация полученного раствора пластификатора 25 мг/см<sup>3</sup>.

1.4.2. Калибруют хроматограф образцовым раствором пластификатора в селективном растворителе. Для этого в хроматограф микрошприцем вместимостью 50 мкл последовательно вводят 10 доз раствора (5, 10, 15,..., 50 мкл), при температуре (20±1) °С. При этом содержание пластификатора изменяется от 0,125 до 1,25 мг с градацией 0,125 мг. Количество параллельных проб *j* для каждой из концентраций (доз) не менее пяти.

Допускается использовать микрошприцы объемом 10 мкл, при этом массу навески пластификатора, равную 6,25 г, растворяют в 50 см<sup>3</sup> растворителя. Концентрация полученного раствора пластификатора 125 мг/см<sup>3</sup>.

1.4.3. Концентрация пластификатора в каждой дозе регистрируется самописцем прибора в виде хроматограмм. При этом высота пиков не должна превышать диапазона шкалы регистрирующего прибора, а высота наименьших пиков должна быть достаточной для расчета, что достигается подбором соответствующей чувствительности прибора.

1.4.4. Температура термостата колонок при изотермическом режиме  $(200 \pm 2)^\circ\text{C}$ , испарителя хроматографа -  $(250 \pm 2)^\circ\text{C}$ ; объемный расход газа-носителя (азота) -  $30 \text{ см}^3/\text{мин}$ , водорода -  $30 \text{ см}^3/\text{мин}$ .

Скорость диаграммной ленты -  $10 \text{ мм/мин}$ .

1.4.5. При вводе каждой из доз раствора измеряют площадь хроматографического пика ( $S_j$ ), соответствующего количеству введенного пластификатора. Площадь пика, соответствующую каждой из введенных доз каждой из параллельных проб, вычисляют по формуле

$$S_j = h_j b_j, \quad (1)$$

где  $h_j$  - высота пика, мм;

$b_j$  - ширина пика, измеренная на половине его высоты, мм;  $j \geq 5$ .

Среднее арифметическое значение  $\bar{S}_k$  для каждой из доз вычисляют по формуле

$$\bar{S}_k = \frac{\sum_{j=1}^5 S_j}{5}. \quad (2)$$

Строят калибровочный график зависимости площадей пиков от количества пластификатора.

1.4.6. Количество пластификатора, находящееся в каждой из доз раствора ( $a_k$ ), связано с площадью соответствующего хроматографического пика соотношением

$$a_k = L \cdot \bar{S}_k, \quad (3)$$

где  $a_k$  - изменяется от 0,125 до 1,250 мг с градацией 0,125 мг;

$L$  - угловой коэффициент.

Угловой коэффициент  $L$  вычисляют методом наименьших квадратов по формуле

$$L = \frac{10 \sum_{k=1}^{10} \bar{S}_k a_k - \sum_{k=1}^{10} \bar{S}_k \sum_{k=1}^{10} a_k}{10 \sum_{k=1}^{10} (\bar{S}_k)^2 - (\sum_{k=1}^{10} \bar{S}_k)^2}, \quad (4)$$

где  $k=1, 2, \dots, 10$  - количество доз.

1.4.7. Коэффициент  $I_1$ , определенный по п.1.4.6, подставляют в формулу (3) и для всех  $a_k$  находят расчетные значения  $\bar{S}_{k(\text{расч})}$ .

1.4.8. Вычисляют отклонение экспериментальных значений  $\bar{S}_k$  от расчетных  $\bar{S}_{k(\text{расч})}$ . Для этого вычисляют среднее квадратическое отклонение ( $\sigma_k$ ) экспериментальных значений  $\bar{S}_k$  от расчетных  $\bar{S}_{k(\text{расч})}$  по формуле

$$\sigma_k = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^{10} (\bar{S}_k - \bar{S}_{k(\text{расч})})^2}{9}}. \quad (5)$$

Если значения  $\overline{S}_t$  не попадают в интервал  $2\sigma_t$ , т.е.  $\overline{S}_t - \overline{S}_t(\text{расч}) \leq 2\sigma_t$ , их исключают из результатов эксперимента и коэффициент  $L$  вычисляют вновь по п.1.4.6. для оставшихся значений  $\overline{S}_t$  до тех пор, пока все экспериментальные точки будут попадать в интервал  $2\sigma_t$ . Количество оставшихся экспериментальных значений  $\overline{S}_t$  должно быть не менее пяти.

1.4.9. Если экспериментальные значения  $\overline{S}_t$  не удовлетворяют требованиям п.1.4.8, испытания повторяют.

1.4.10. Изготавливают модельную композицию пластифицированного материала в количестве  $(1 \pm 0,1)$  кг по технологии и рецептуре в соответствии с нормативно-технической документацией (НТД) на исследуемый материал. Пробы для испытаний отбирают и подготавливают в соответствии с п.1.2.

1.4.11. Экстракционные патроны и вату предварительно экстрагируют в экстракторе Сокслета в течение 4 ч и высушивают при 80 °С до постоянной массы.

1.4.12. В экстракционный патрон помещают 10 г подготовленной по п.1.2.3 модельной композиции, взвешенной с погрешностью не более  $\pm 0,001$  г. Навеску в экстракционном патроне закрывают пробкой из ваты. Количество параллельных определений - не менее пяти.

1.4.13. Экстракционный патрон помещают в экстрактор Сокслета.

1.4.14. В сухую экстракционную колбу с кусочками неглазирванного фарфора заливают 180-200 см<sup>3</sup> селективного растворителя. Колбу соединяют с экстракционной насадкой с помощью шлифов без применения смазки.

1.4.15. Экстракцию осуществляют в течение 8 ч при скорости не менее 10 циклов в 1 ч до полного извлечения пластификатора из исследуемого материала. Признаком полного извлечения является отсутствие пятна пластификатора на фильтровальной бумаге, на которую наносят каплю раствора из последнего цикла экстракции.

1.4.16. После окончания экстракции колбу с экстрактом разъединяют с экстракционной насадкой. В колбу сливают остаток растворителя из насадки, экстракт переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, выдерживают при температуре  $(20 \pm 1)$  °С, доливают до метки селективным растворителем.

1.4.17. Из мерной колбы с помощью микроприца отбирают 50 мкл экстракта, вводят в хроматограф и измеряют площадь хроматографического пика, соответствующую концентрации пластификатора.

1.4.18. По площади хроматографического пика, используя формулу (3), вычисляют массу пластификатора ( $a_{mj}$ ), содержащуюся в 50 мкл экстракта каждой параллельной пробы модельной композиции, в миллиграммах.

1.4.19. Вычисляют массовую долю пластификатора ( $C_{mj}$ ) в процентах в каждой из параллельных проб модельной композиции материала по формуле

$$C_{mj} = \frac{5a_{mj}}{m_{mj}} \cdot 100, \quad (6)$$

где  $m_{mj}$  - масса каждой из параллельных проб модельной композиции, взятая по п.1.4.12, мг;

5 - нормирующий коэффициент;

$a_{mj}$  - масса пластификатора в каждой из параллельных проб, экстрагированная из модельной композиции, вычисленная по п.1.4.18, мг.

1.4.20. Вычисляют среднее арифметическое значение содержания пластификатора из всех параллельных проб модельной композиции, взятых для испытаний ( $\overline{C}_m$ , %), по формуле

$$\bar{C}_{\text{мф}} = \frac{\sum_{j=1}^n C_{\text{мф}j}}{n}, \quad (7)$$

где  $n$  - количество параллельных проб модельной композиции. Допускаемое расхождение между  $\bar{C}_{\text{мф}}$  и отдельными значениями  $C_{\text{мф}j}$  не должно превышать 5% отн. Если расхождение больше 5% отн., то испытания повторяют.

1.4.21. Вычисляют коэффициент экстракции пластификатора ( $K_3$ ) по формуле

$$K_3 = \frac{\bar{C}_{\text{мф}}}{C_{\text{мк}}}, \quad (8)$$

где  $C_{\text{мк}}$  - массовая доля пластификатора в модельной композиции по п.1.4.10, %;

$\bar{C}_{\text{мф}}$  - среднее арифметическое значение содержания пластификатора модельной композиции по п.1.4.20, %.

#### 1.5. Проведение испытаний

1.5.1. Из средней пробы исследуемого материала, полученной по пп.1.2.1-1.2.3, отбирают пробы массой 10 г, взвешенные с погрешностью не более  $\pm 0,001$  г.

1.5.2. Количество параллельных проб ( $n$ ) вычисляют в соответствии с ГОСТ 9.707 (приложение 3). Если относительная ошибка и вероятность попадания среднего арифметического значения  $\bar{C}_{\text{мф}}$  в доверительный интервал не задаются, то количество проб должно быть не менее пяти.

1.5.3. Проводят экстракцию пластификатора из каждой из параллельных проб материала до старения селективным растворителем и определяют количество пластификатора, находящее в 50 мкл экстракта ( $\alpha_3$ ) в соответствии с пп.1.4.11-1.4.18.

Массовую долю пластификатора в каждой из параллельных проб исследуемой композиции ( $P_j$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$P_j = \frac{\alpha_3}{m_{\text{мф}} \cdot K_3} \cdot 100, \quad (9)$$

где  $\alpha_3$  - содержание пластификатора в 50 мкл экстракта каждого из образцов, мг;

$m_{\text{мф}}$  - масса каждой из проб исследуемой композиции, мг;

$K_3$  - коэффициент экстракции, вычисленный по п.1.4.21;

1.5.4. Массовую долю пластификатора ( $P$ ) в процентах в материале до старения вычисляют по формуле

$$P = \frac{\sum_{j=1}^n \frac{\alpha_3}{m_{\text{мф}} \cdot K_3}}{n} \cdot 100, \quad (10)$$

где  $n$  - количество параллельных образцов.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов всех параллельных определений, допускаемое расхождение между  $P$  и отдельными значениями  $P_j$ , не должно превышать 5% отн. Если расхождение больше 5% отн., испытания повторяют.

1.5.5. Проводят старение исследуемого материала в соответствии с НТД.

1.5.6. После старения исследуемого материала проводят испытания по пп. 1.5.1-1.5.3. Определяют массовую долю пластификатора в исследуемом материале ( $\bar{P}_1$ ) в процентах после старения по формуле (10).

1.5.7. Изменение содержания пластификатора (в процентах) вследствие старения материала определяют по разности содержания пластификатора  $\bar{P}$ , определяемого по п.1.5.3, и  $\bar{P}_1$ , определяемого по п.1.5.6.

1.5.8. Результаты испытаний вносят в протокол, в котором должны быть указаны:

- 1) наименование предприятия-изготовителя;
- 2) наименование материала, тип и условное обозначение;
- 3) номер партии и дата изготовления;
- 4) НТД на старение;
- 5) тип, марка, НТД на селективный растворитель;
- 6) марка хроматографа;
- 7) размеры хроматографической колонки;
- 8) тип хроматографического сорбента;
- 9) дата испытаний;
- 10) обозначение настоящего стандарта;
- 11) массовая доля пластификатора до старения и после старения;
- 12) изменение содержания пластификатора в материале после старения;
- 13) организация, предприятие, должность и фамилия лиц, проводивших испытания.

## 2. МЕТОД 2

Сущность метода заключается в определении изменения содержания пластификатора в материале до и после старения по изменению оптической плотности плоского образца материала методом инфракрасной спектроскопии.

Метод используют в тех случаях, когда невозможно подобрать селективный растворитель для экстрагирования пластификатора из измельченного образца материала.

### 2.1. Образцы для испытаний

2.1.1. Образцы представляют собой пластины размерами  $(35 \times 15) \pm 0,5$  мм и толщиной  $(0,5 \pm 0,1)$  мм.

Образцы группируют парами равной толщины для проведения одного испытания по определению их оптической плотности. Количество пар параллельных образцов устанавливают в соответствии с п.1.5.2.

### 2.2. Аппаратура. Материалы. Реактивы

Спектрофотометр инфракрасный любой конструкции, обеспечивающий получение спектров поглощения в отраженном и проходящем свете при частоте от 400 до 4000 см<sup>-1</sup>. Приставка для исследования многократного нарушенного полного внутреннего отражения при ИК спектроскопии;

пинцет медицинский по ГОСТ 21241;

вата хлопчатобумажная для оптической промышленности;

эфир диэтиловый ч.д.а.;

спирт этиловый по ГОСТ 5962.

### 2.3. Подготовка к испытаниям

2.3.1. Изготавливают семь стандартных модификаций пластифицированного материала по технологии, установленной для изготовления исследуемого материала, в количестве  $(1 \pm 0,1)$  кг. В числе стандартных композиций с содержанием пластификатора ( $P_i$ ) должны быть композиции с минимально возможными ( $P_{\min}$ ) и максимально возможными ( $P_{\max}$ ) содержаниями пластификатора, а также промежуточные композиции с градацией содержания в них пластификатора (в процентах), вычисляемой по формуле

$$\frac{P_{\max} - P_{\min}}{6} \cdot 100\%$$

2.3.2. Из стандартных композиций пластифицированного материала, полученных по п.2.3.1, изготавливают образцы. Размеры и количество пар параллельных образцов каждой из композиций берут в соответствии с требованиями п.2.1.1.

### 2.4. Проведение испытаний

2.4.1. Образцы очищают тампоном, смоченным в этиловом спирте, измеряют толщину каждого из параллельных образцов с погрешностью не более  $\pm 0,01$  мм.

2.4.2. Очищают кристалл приставки ватным тампоном, смоченным диэтиловым эфиром.

2.4.3. На каждую из сторон кристалла накладывают по одному образцу стандартных композиций, прижимают их к кристаллу с помощью металлических пластин и струбцин. Полученную сборку закрепляют в гнезде приставки многократного нарушенного полного внутреннего отражения, а затем помещают в измерительную камеру инфракрасного спектрофотометра.

2.4.4. Испытания выполняют в соответствии с инструкцией к спектрофотометру и записывают спектры поглощения образцов стандартных композиций.

2.4.5. Испытания исследуемых образцов материала до и после старения проводят так же, как и стандартных композиций в соответствии с пп.2.4.3 и 2.4.4.

2.4.6. Старение исследуемого материала проводят в соответствии с НТД.

### 2.5. Обработка результатов

2.5.1. На спектрах поглощения каждого из параллельных образцов ( $J$ ) каждой из стандартных композиций ( $i$ ) находят пик, соответствующий используемому в композициях пластификатору. Измеряют интенсивность пика поглощения (оптическую плотность)  $D_{ij}$  в относительных единицах в соответствии с инструкцией к прибору для каждого из параллельных образцов.

Вычисляют среднее арифметическое значение ( $\overline{D_i}$ ) для каждой из стандартных композиций по формуле

$$\overline{D_i} = \frac{\sum_{j=1}^n D_{ij}}{n}, \quad (11)$$

где  $n$  - количество параллельных образцов в каждой из модельных композиций.

Оптическая плотность  $\overline{D_i}$  связана с содержанием пластификатора ( $P_i$ , в процентах) в композиции соотношением

$$\overline{D_i} = \varepsilon_{\lambda} \cdot P_i \cdot l, \quad (12)$$

где  $l$  - толщина образца, мм;

$\varepsilon_{\lambda}$  - коэффициент экстинкции (массовый показатель поглощения) для данной длины волны данного пластификатора, вычисляемый методом наименьших квадратов по формуле

$$\varepsilon_{\lambda} = \frac{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i \overline{D}_i - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \overline{D}_i}{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (P_i)^2 - \left( \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_i \right)^2} \quad (13)$$

2.5.2. Коэффициент экстинкции  $\varepsilon_{\lambda}$ , вычисленный по формуле (13), подставляют в формулу (12) и для всех значений  $P_i$  вычисляют расчетные значения оптической плотности  $\overline{D}_{i, \text{расч}}$ .

2.5.3. Проверяют отклонение экспериментальных значений  $\overline{D}_i$  от их расчетных значений  $\overline{D}_{i, \text{расч}}$  в соответствии с пп.1.4.8; 1.4.9.

2.5.4. На спектрах поглощения каждого из образцов исследуемой композиции определяют высоту пика и оптическую плотность  $D_{\text{пик}}$ , соответствующие содержащемуся пластификатору, а содержание пластификатора в исследуемой композиции ( $P_j$ , %) вычисляют по формуле

$$P_j = \frac{D_{\text{пик}}}{\varepsilon_{\lambda} \cdot l} \quad (14)$$

где  $\varepsilon_{\lambda}$  - вычисляют по формуле (13).

2.5.5. Изменение содержания пластификатора вследствие старения материала (в процентах) определяют по разности содержания пластификатора в исследуемой композиции до и после старения.

2.5.6. За результат испытаний принимают среднее арифметическое, результатов всех параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 5% отн. Если расхождение больше 5% отн., испытания повторяют.

2.5.7. Результаты испытаний вносят в протокол, в котором должны быть указаны:

- 1) наименование материала, тип, условное обозначение;
- 2) наименование предприятия-изготовителя;
- 3) номер партии и дата изготовления;
- 4) марка инфракрасного спектрофотометра и приставки многократного нарушенного полного внутреннего отражения;
- 5) обозначение настоящего стандарта и метода испытаний;
- 6) содержание пластификатора до старения;
- 7) изменение содержания пластификатора;
- 8) организация, предприятие, должность и фамилия лиц, проводивших испытания.

### 3. МЕТОД 3

Сущность метода заключается в определении потери массы пластифицированного материала до и после старения термогравиметрическим методом (ТГ) в динамическом или статическом режимах при заданных температуре и продолжительности нагрева, при которых обеспечивается полное удаление пластификатора из материала.

#### 3.1. Метод статической термогравиметрии

##### 3.1.1. Отбор проб

3.1.1.1. Отбор проб - по п.1.2.

3.1.1.2. Масса пробы для одного испытания - (0,2-0,001) г.

3.1.1.3. Количество параллельных проб  $n$  для одного определения - в соответствии с п.1.5.2.

3.1.2. Аппаратура. Материалы. Реактивы

Приспособление для измельчения материала.

Термоанализатор в соответствии с ГОСТ 9.715, разд.1.

Термостат с перемешиванием воздуха, обеспечивающий постоянную температуру от 50 до 400 °С с погрешностью не более  $\pm 3$  °С.

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

Эксикатор исполнения 1 по ГОСТ 25336, диаметром корпуса 250 мм.

Силикагель технический по ГОСТ 3956.

Тигель фарфоровый низкий N 1 по ГОСТ 9147.

Вальцы лабораторные по ГОСТ 5960.

3.1.3. Подготовка к испытаниям

3.1.3.1. Изготавливают семь стандартных композиций материала с различным содержанием пластификатора (п.2.3.1).

3.1.3.2. Из стандартных композиций изготавливают пробы для испытаний в соответствии с п.3.1.1 и определяют исходную массу каждой пробы каждой из композиций  $m_{ис}$  взвешиванием с погрешностью не более  $\pm 0,0002$  г.

3.1.3.3. Включают термостат и устанавливают температуру  $(350 \pm 3)$  °С.

3.1.3.4. Фарфоровые тигли промывают и прокаливают при температуре  $(350 \pm 3)$  °С, охлаждают в эксикаторе над силикагелем до температуры  $(23 \pm 2)$  °С и взвешивают с погрешностью не более  $\pm 0,0002$  г. Операцию прокаливания и взвешивания проводят до достижения тиглями постоянной массы  $m_0$ .

3.1.3.5. В подготовленные по п.3.1.3.4 тигли помещают пробы каждой из семи композиций. Количество параллельных проб каждой из композиций устанавливают в соответствии с п.1.5.2. Исходную массу пробы ( $m_{ис}$ ) в граммах вычисляют по формуле

$$m_{ис} = M_{тг} - m_0, \quad (15)$$

где  $M_{тг}$  - масса пробы с тиглем по п.3.1.3.2, г;

$m_0$  - масса тигля по п.3.1.3.4, г.

3.1.3.6. Помещают тигли с пробами в термостат при температуре  $(350 \pm 3)$  °С и выдерживают в течение  $(20 \pm 2)$  мин.

3.1.3.7. Тигли с пробами извлекают из термостата, охлаждают в эксикаторе над силикагелем в течение 1 ч, взвешивают с погрешностью не более  $\pm 0,0002$  г и определяют массу остатка по формуле

$$m_1 = M_{тг} - m_2, \quad (16)$$

где  $M_{тг}$  - масса остатка пробы с тиглем, г.

3.1.3.8. Вычисляют потерю массы каждой пробы каждой из композиций ( $\Delta m$ ) в граммах по формуле

$$\Delta m_j = m_{0j} - m_j. \quad (17)$$

3.1.3.9. Для каждой из композиций вычисляют среднюю арифметическую относительную потерю массы ( $\overline{\Delta m_i}$ ) по формуле

$$\overline{\Delta m_i} = \frac{\sum_{j=1}^n \frac{\Delta m_{ij}}{m_{0j}}}{n}, \quad (18)$$

где  $n$  - число параллельных проб в каждой из композиций.

3.1.3.10. Каждое из параллельных определений не должно отличаться от среднего арифметического более чем на 5% отн. Если расхождение более 5% отн., то испытания повторяют.

3.1.3.11. Зависимость между средней арифметической потерей массы каждой из композиций  $\overline{\Delta m_i}$  и массовой долей пластификатора в ней ( $P_i$ ) выражают уравнением

$$P_i = a\overline{\Delta m_i} + b, \quad (19)$$

где  $P_i$  - массовая доля пластификатора в каждой из стандартных композиций, %.

Коэффициент  $a$  и  $b$  уравнения (19) вычисляют методом наименьших квадратов по формулам:

$$a = \frac{7 \sum_{i=1}^7 \overline{\Delta m_i} P_i - \sum_{i=1}^7 \overline{\Delta m_i} \sum_{i=1}^7 P_i}{7 \sum_{i=1}^7 (\overline{\Delta m_i})^2 - \left( \sum_{i=1}^7 \overline{\Delta m_i} \right)^2}, \quad (20)$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^7 P_i \sum_{i=1}^7 (\overline{\Delta m_i})^2 - \sum_{i=1}^7 \overline{\Delta m_i} \sum_{i=1}^7 \overline{\Delta m_i} P_i}{7 \sum_{i=1}^7 (\overline{\Delta m_i})^2 - \left( \sum_{i=1}^7 \overline{\Delta m_i} \right)^2}, \quad (21)$$

где  $i$  - число композиций с различным содержанием пластификатора,  $i = 1, 2, \dots, 7$ .

3.1.3.12. Коэффициенты  $a$  и  $b$ , определенные по формулам (20) и (21), подставляют в формулу (19) и для всех значений  $P_i$  вычисляют расчетные потери массы  $\overline{\Delta m_i}(\text{расч})$ .

3.1.3.13. Проверяют отклонения экспериментальных значений  $\overline{\Delta m_i}$  от их расчетных значений  $\overline{\Delta m_i}(\text{расч})$  в соответствии с пп.1.4.8 и 1.4.9.

#### 3.1.4. Проведение испытаний

3.1.4.1. Из исследуемого материала до и после старения готовят пробы в соответствии с п.3.1.1. Старение проводят в соответствии с НТД.

3.1.4.2. Проводят испытания проб материала, полученных по п.3.1.4.1, в соответствии с пп.3.1.3.3-3.1.3.7 и вычисляют потерю массы каждой из параллельных проб исследуемого материала ( $\Delta m_{ij}$ ) до и после старения по п.3.1.3.8.

### 3.1.5. Обработка результатов

3.1.5.1. Вычисляют среднюю арифметическую относительную потерю массы из всех параллельных проб до и после старения по формуле

$$\Delta \bar{m}_{\text{отн}} = \frac{\sum_{j=1}^n \Delta m_j}{n} \cdot 100, \quad (22)$$

где  $n$  - число параллельных проб;

$m_j$  - масса остатка в каждой из исследуемых проб материала, г;

$\Delta m_j$  - потеря массы каждой из параллельных проб, определенная по п.3.1.3.8, г.

3.1.5.2. Каждое из параллельных определений не должно отличаться от среднего арифметического значения более чем на 5% отн. Если расхождения более 5% отн., испытания повторяют.

3.1.5.3. Вычисляют содержание пластификатора в исследуемом материале  $P_{\text{отн}}$  в процентах до и после старения по формуле

$$P_{\text{отн}} = a \Delta \bar{m}_{\text{отн}} + b. \quad (23)$$

Значения  $a$  и  $b$  вычислены по формулам (20) и (21) соответственно.

3.1.5.4. Изменение содержания пластификатора определяют по разности массовой доли пластификатора в исследуемом материале до и после его старения.

## 3.2. Метод динамической термогравиметрии

### 3.2.1. Отбор образцов

#### 3.2.1.1. Подготовка проб - по пп.1.2.1 и 1.2.2.

3.2.1.2. Масса и количество параллельных проб для каждой из композиций в соответствии с ГОСТ 9.715, разд.1.

### 3.2.2. Аппаратура. Материалы. Реактивы

Аппаратура, материалы и реактивы - по ГОСТ 9.715, разд.1.

### 3.2.3. Подготовка к испытаниям

3.2.3.1. Изготавливают стандартные композиции материала с различным содержанием пластификатора в соответствии с пп.3.1.3.1 и 3.1.3.2.

3.2.3.2. Подготовка термоанализатора к работе - по ГОСТ 9.715, разд.1.

3.2.3.3. Испытания проб стандартных композиций проводят на термоанализаторе в воздушной среде при скорости нагрева 10 °С/мин до температуры (350 ± 0,5) °С.

3.2.3.4. По термогравиметрическому графику определяют начальную массу каждой пробы каждой из стандартных композиций ( $m_{\text{исх}}$ ) и массу остатка проб после нагревания до температуры (350 ± 0,5) °С ( $m_{\text{ост}}$ ).

3.2.3.5. Проводят обработку данных испытаний проб стандартных композиций материала в соответствии с пп.3.1.3.8-3.1.3.10.

### 3.2.4. Проведение испытаний

3.2.4.1. Подготовка проб и испытания исследуемого материала до и после старения по пп.3.2.1, 3.2.2; 3.2.3.1, 3.2.3.2, 3.2.3.3, 3.2.3.4.

Старение проводят в соответствии с НТД.

### 3.2.5. Обработка результатов

3.2.5.1. Вычисляют среднюю арифметическую относительную потерю массы исследуемого материала ( $\Delta \bar{m}_{\text{ср}}$ ) до и после старения по формуле

$$\Delta \bar{m}_{\text{ср}} = \frac{\sum_{j=1}^n \frac{\Delta m_{\text{ср}j}}{m_j}}{n}, \quad (24)$$

где  $m_j$  - масса остатка пробы исследуемого материала, по п.3.2.3.4, г;

$\Delta m_{\text{ср}j}$  - потеря массы каждой из параллельных проб исследуемого материала, по п.3.1.3.8, г;

$n$  - число параллельных проб.

3.2.5.2. Каждое из параллельных определений не должно отличаться от среднего арифметического значения более чем на 5% отн. Если расхождение более 5% отн., испытания повторяют.

3.2.5.3. Вычисляют содержание пластификатора в исследуемой композиции ( $\bar{P}$ ) в процентах до и после старения по формуле (23).

3.2.5.4. Изменение содержания пластификатора в материале вследствие старения определяют по п.3.1.5.4.

3.3. Результаты испытаний вносят в протокол, в котором должны быть указаны:

- 1) наименование материала, тип и условное обозначение;
- 2) .наименование предприятия-изготовителя;
- 3) номер партии и дата изготовления;
- 4) марка термоанализатора;
- 5) обозначение настоящего стандарта и метода испытаний;
- 6) содержание пластификатора до и после старения;
- 7) изменение содержания пластификатора в материале;
- 8) организация, предприятие, должность и фамилии лиц, проводивших испытания.

## 4. МЕТОД 4

Сущность метода заключается в нагревании образца материала в изотермических условиях в интервале температур при заданной продолжительности, при которых изменение массы образца происходит за счет процессов диффузионной десорбции пластификатора, выявлении кинетики диффузионной десорбции пластификатора в заданных условиях и прогнозировании на основе выявленных кинетических закономерностей изменения содержания пластификатора после заданной продолжительности старения.

Прогнозирование изменения содержания пластификатора в полимерном материале при термическом старении осуществляют для заданного соотношения поверхности и объема изделия.

### 4.1. Образцы для испытаний

4.1.1. Образцы для испытаний изготавливают из материалов и изделий из них в виде пластин. Отношение поверхности образцов к их объему должно соответствовать этому соотношению в изделиях.

4.1.2. Масса образца должна быть от 150 до 200 мг в зависимости от вида материала. Количество параллельных образцов  $n$  для каждого из режимов испытаний устанавливают в соответствии с п.1.5.2.

Параллельные образцы для всех режимов испытаний должны быть равной массы с отклонением не более  $\pm 0,001$  г.

#### 4.2. Аппаратура. Материалы. Реактивы

Аппаратура, материалы и реактивы - по п.3.2.2.

Хроматограф газожидкостный любого типа, снабженный пламенно-ионизационным детектором, аналитические колонки к нему из стекла или нержавеющей стали длиной 1 м.

Сорбент хроматографический для анализа пластификаторов.

Газ-носитель для хроматографии.

Петля накопительная из нержавеющей стали вместимостью 2 см<sup>3</sup> из комплекта хроматографа.

Термоанализатор в соответствии с ГОСТ 9.715 разд.1.

#### 4.3. Подготовка к испытаниям

4.3.1. Подготовка термоанализатора к работе - по п.3.2.3.2.

4.3.2. Подготовка хроматографа и накопительной петли - в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

#### 4.4. Проведение испытаний

4.4.1. Испытания проводят на термоанализаторе в изотермическом режиме в интервале температур, которые устанавливают экспериментально в зависимости от типа пластификатора, как указано в пп.4.4.3-4.4.5.

4.4.2. Содержание пластификатора в исследуемом материале ( $R_0$ , %) до испытаний определяют по методу 1.

Массу пластификатора в каждом из параллельных образцов для испытаний при каждой температуре ( $m_{0j}$ ) вычисляют по формуле

$$m_{0j} = \frac{m_{0y} \cdot R_0}{100}, \quad (25)$$

где  $m_{0y}$  - исходная масса каждого из параллельных образцов при каждой из температур испытаний, г;

$i$  - число температур,  $i = 1, +, 7$ ;

$j$  - количество параллельных образцов,  $j = 1, 2, +, 8$ .

4.4.3. Минимальная температура испытаний должна быть не менее 60 °С.

4.4.4. Максимальная температура испытаний не должна приводить к изменению массы материала, связанной с выделением летучих веществ вследствие процессов термодеструкции.

Максимальную температуру испытаний устанавливают, как указано в пп.4.4.4.1-4.4.4.12.

4.4.4.1. Образцы для испытаний - по пп.4.1.1, 4.1.2.

4.4.4.2. Вычисляют массу пластификатора в каждом из параллельных образцов по формуле

$$m_{0jT_{\max}} = \frac{m_{0jT_{\max}} \cdot R_0}{100}, \quad (26)$$

где  $m_{0jT_{\max}}$  - исходная масса каждого из параллельных образцов, взятых для испытаний при максимальной температуре.

Вычисляют среднюю арифметическую массу пластификатора в образцах, взятых для испытаний по п.4.4.4.1, по формуле

$$\bar{g}_{0T_{\max}} = \frac{\sum_{j=1}^n g_{0jT_{\max}}}{n} \quad (27)$$

4.4.4.3. Образцы для испытаний взвешивают с погрешностью не более  $\pm 0,0002$  г и помещают в ячейку-держатель термоанализатора, которую затем вводят в нагретый до предварительно заданной максимальной температуры ( $T_{\max}$ ) блок термоанализатора.

Предварительно заданная максимальная температура испытаний должна быть на 50 °С меньше температуры кипения исследуемого пластификатора.

Выдерживают образец в термоанализаторе при этой температуре ( $120 \pm 0,5$ ) мин.

4.4.4.4. По графику, полученному с использованием ТГ, определяют потерю массы каждым из параллельных образцов ( $\Delta m_{jT_{\max}}$ ) и вычисляют среднюю арифметическую потерю массы образцами после испытаний при предварительно заданной максимальной температуре по формуле

$$\Delta \bar{m}_{T_{\max}} = \frac{\sum_{j=1}^n \Delta m_{jT_{\max}}}{n} \quad (28)$$

4.4.4.5. Каждое из параллельных определений не должно отличаться от среднего арифметического значения более чем на 5% отн. Если расхождение более 5% отн., испытания повторяют.

4.4.4.6. Каждый из испытанных по п.4.4.4.3 образцов помещают в термоанализатор, соединенный с газожидкостным хроматографом через накопительную петлю, нагревают образцы со скоростью 20 °С в мин в токе газа-носителя хроматографа до температуры кипения пластификатора и выдерживают при этой температуре в течение времени, при котором на хроматограмме исчезает пик, соответствующий данному пластификатору.

4.4.4.7. По площади хроматографического пика, полученного по п.4.4.4.6, используя формулу (2), вычисляют количество пластификатора, оставшегося в каждом из образцов после испытаний по п.4.4.4.3 ( $g_{jT_{\max}}$ ). Вычисляют среднее арифметическое значение массы пластификатора (в граммах), оставшегося в образцах после испытаний по п.4.4.4.3, по формуле

$$\bar{g}_{T_{\max}} = \frac{\sum_{j=1}^n g_{jT_{\max}}}{n} \quad (29)$$

4.4.4.8. Каждое из параллельных определений ( $g_{jT_{\max}}$ ) не должно отличаться от среднего арифметического значения более чем на 5% отн. Если расхождения более 5% отн., испытания повторяют.

4.4.4.9. Сравнивают сумму потери массы образцом ( $\Delta \bar{m}_{T_{\max}}$ ) и массы остатка пластификатора ( $\bar{g}_{T_{\max}}$ ) в образце после термообработки с исходным количеством пластификатора в образце, определенным по методу 1. Эта сумма должна удовлетворять неравенству

$$0,95 g_{0T_{\max}} \leq \Delta \bar{m}_{T_{\max}} + \bar{g}_{T_{\max}} \leq g_{0T_{\max}} \quad (30)$$

Если сумма потери массы образцом  $\Delta \bar{m}_{T_{\max}}$  и остатка пластификатора в образце после термообработки при  $T_{\max}$  больше фактической массы пластификатора в образце  $g_{0T_{\max}}$ , определенной по формуле (25), то предварительно заданную максимальную температуру испытаний снижают на 10 °С и вновь проводят испытания по пп.4.4.4.1-4.4.4.7 до тех пор, пока результаты эксперимента не будут удовлетворять неравенству (30).

Если эта сумма меньше  $0,95 \bar{\sigma}_{OT_{max}}$ , предельно заданную максимальную температуру испытаний повышают на 10 °С и вновь проводят испытания по пп.4.4.4.1-4.4.4.7 до тех пор, пока результаты эксперимента будут удовлетворять неравенству (30). Полученную температуру принимают за максимальную температуру испытаний.

4.4.5. Устанавливают семь температур испытаний с градацией

$$\frac{T_{max} - T_{min}}{6}.$$

4.4.6. Каждый из образцов для каждой из температур испытаний, установленных по п.4.4.5, взвешивают с погрешностью не более  $\pm 0,0002$  г и помещают в ячейку-держатель термоанализатора, которую затем вводят в предварительно нагретый до каждой из заданных температур испытаний блок термоанализатора. Регистрируют на термоаналитических кривых процессы, происходящие в материале в течение  $(120 \pm 0,1)$  мин при заданной постоянной температуре.

Отсчет продолжительности выдержки образцов при заданной температуре начинают с момента установления этой температуры в образце.

4.5. Обработка результатов

4.5.1. На графике, полученном по п.4.4.6, отмечают время установления изотермического режима испытаний, соответствующую ему массу образца ( $m_{0f}$ ) и определяют изменяющуюся массу образца ( $m_f$ ) за время изотермического нагрева в течение 120 мин с градацией  $(5 \pm 0,1)$  мин, где  $f$  изменяется от 1 до 24.

4.5.2. Вычисляют параметры процесса диффузионной десорбции при каждой из температур испытаний по формуле

$$m_f = m_{0f} e^{-K_f \tau_f^{\alpha_f}}, \quad (31)$$

где  $K_f$  - константа скорости процесса диффузионной десорбции пластификатора при  $T_f$ ,  $c^{-1}$ ;

$\alpha_f$  - показатель степени;

$m_f$  - текущее значение массы образца через каждые  $(5 \pm 0,1)$  мин нагрева, мг;

$m_{0f}$  - масса каждого образца до испытаний;

$\tau_f$  - продолжительность испытаний по п.4.4.5.

Формулу (31) записывают в логарифмическом виде

$$\ln \ln \frac{m_{0f}}{m_f} = \ln K_f + \alpha_f \ln \tau_f, \quad (32)$$

Значение  $\alpha_f$  и  $\ln K_f$  при каждой температуре для каждого из образцов вычисляют методом наименьших квадратов по формулам:

$$\alpha_f = \frac{24 \sum_{f=1}^{24} \ln \tau_f \ln \ln \frac{m_{0f}}{m_f} - \sum_{f=1}^{24} \ln \tau_f \sum_{f=1}^{24} \ln \ln \frac{m_{0f}}{m_f}}{24 \sum_{f=1}^{24} (\ln \tau_f)^2 - \left( \sum_{f=1}^{24} \ln \tau_f \right)^2}, \quad (33)$$

$$\ln K_i = \frac{\sum_{j=1}^{24} \ln \ln \frac{m_{0j}}{m_g} \sum_{j=1}^{24} (\ln r_g)^2 - \sum_{j=1}^{24} \ln r_g \sum_{j=1}^{24} \ln r_g \cdot \ln \ln \frac{m_{0j}}{m_g}}{24 \sum_{j=1}^{24} (\ln r_g)^2 - \left( \sum_{j=1}^{24} \ln r_g \right)^2} \quad (34)$$

4.5.3. Подставляют значения  $a_j$  и  $\ln K_i$ , полученные по формулам (33) и (34), в уравнение (32) и вычисляют расчетные значения  $m_g(\text{расч})$ .

4.5.4. Проверяют отклонение экспериментальных значений  $m_g$  от их расчетных значений  $m_g(\text{расч})$  в соответствии с пп.1.4.8, 1.4.9.

4.5.5. Вычисляют среднее значение  $\bar{a}$  по формуле

$$\bar{a} = \frac{\sum_{i=1}^7 \sum_{j=1}^n L_j}{7 \cdot n}, \quad (35)$$

Каждое из значений  $a_j$  не должно отличаться от среднего арифметического значения более чем на 10% отн. Если расхождение более 10% отн., то испытания повторяют.

4.5.6. Зависимость между константой скорости процесса диффузионной десорбции ( $K_i$ ) и температурой испытаний ( $T_i$ ) описывают уравнением

$$\ln K_i = \ln K_0 - \frac{E}{R} \times \frac{1}{T_i}, \quad (36)$$

где  $K_0$  - предэкспоненциальный множитель;

$E$  - коэффициент температурной зависимости процесса диффузионной десорбции, кДж/моль;

$T_i$  - температура испытаний, К;

$R$  - универсальная газовая постоянная ~8,314 Дж/моль·К.

4.5.7. Значение  $E$  и  $K_0$  вычисляют методом наименьших квадратов по формулам:

$$E = R \times \frac{7 \sum_{i=1}^7 \frac{1}{T_i} \ln K_i - \sum_{i=1}^7 \frac{1}{T_i} \sum_{i=1}^7 \ln K_i}{7 \sum_{i=1}^7 \left( \frac{1}{T_i} \right)^2 - \left( \sum_{i=1}^7 \frac{1}{T_i} \right)^2}, \quad (37)$$

$$\ln K_0 = \frac{\sum_{i=1}^7 \ln K_i \sum_{i=1}^7 \left( \frac{1}{T_i} \right)^2 - \sum_{i=1}^7 \frac{1}{T_i} \sum_{i=1}^7 \frac{1}{T_i} \ln K_i}{7 \sum_{i=1}^7 \left( \frac{1}{T_i} \right)^2 - \left( \sum_{i=1}^7 \frac{1}{T_i} \right)^2}. \quad (38)$$

4.5.8. Прогнозирование изменения содержания пластификатора в полимерном изделии и (или) эксплуатации материала ( $\Delta G_{\text{прогн}}$ , %) проводят при эквивалентной температуре  $T_3$ , определяемой по ГОСТ 9.707 (приложение 5) для заданной продолжительности старения  $\tau_0$ .

Вычисляют  $K_{T_3}$  при эквивалентной температуре  $T_3$  по формуле (36).

Вычисляют  $\Delta G_{\text{прогн}}$  по формуле

$$\Delta G_{\text{прогн}} = (1 - e^{-K_{T_3} \tau_0}) \cdot 100, \quad (39)$$

где  $K_{T_3}$  - константа скорости процесса диффузионной десорбции при  $T_3$ ,  $K$ ;

$\tau_0$  - заданная продолжительность старения, для которой проводят прогнозирование изменения содержания пластификатора, сут;

$\bar{\alpha}$  - по п.4.7.5.

4.5.9. Результаты испытаний вносят в протокол, в котором должны быть указаны:

- 1) наименование и марка материала;
- 2) наименование и марка пластификатора;
- 3) завод - изготовитель материала;
- 4) номер партии и дата изготовления;
- 5) условия хранения или эксплуатации;
- 6) обозначение НТД на метод испытаний;
- 7) содержание пластификатора до старения материала;
- 8) прогнозируемое содержание пластификатора после заданной продолжительности старения.

4.5.10. Держателем программы автоматизированной обработки результатов испытаний по методу 4 является НПО "ВНИИКП".

## 5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Требования безопасности труда - по ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.3.002 и ГОСТ 12.3.019.

5.2. Требования пожарной безопасности - по ГОСТ 12.1.004.

5.3. Метеорологические условия, уровень звукового давления, уровни звука и содержание вредных примесей в рабочей зоне помещений для испытаний не должны превышать норм, установленных СН-245-71 и утвержденных Госстроем СССР.

ПРИЛОЖЕНИЕ  
Справочное

### ПЕРЕЧЕНЬ РЕКОМЕНДУЕМЫХ СЕЛЕКТИВНЫХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ ДЛЯ ЭКСТРАКЦИИ ПФ И СОРБЕНТОВ ДЛЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

|  |  |  |  |
|--|--|--|--|
|  |  |  |  |
|--|--|--|--|

| Наименование полимера | Наименование пластификатора                      | Наименование растворителя                                             | Наименование сорбента                  |
|-----------------------|--------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|
| Поливинилхлорид       | Диоктилфталат, диоктилсебагинат, дидодецилфталат | Ацетон - по ГОСТ 2603, Тoluол - по ГОСТ 5789, Диоксан - по ГОСТ 10455 | Chromotron пропитанный 15% ariezon "Z" |
| Полиэтилен            | Диоктилфталат, трикрезилфосфат                   | Пиридин - по ГОСТ 13647, Диметилформамид - по ГОСТ 20289              | Порапак Q                              |
| Ацетилцеллюлоза       | Трифенилфосфат, диэтилсебагинат                  | Ацетон - по ГОСТ 2603                                                 | Порапак Q                              |

Текст документа сверен по:  
официальное издание  
М.: Издательство стандартов, 1991