ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУК БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЙ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ И ИХ МЫЛ

ГОСТ 19816.1—91
(ИСО 7781—86)

Издание официальное

БЗ 1—92/1

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.962.2.001.4:006.354 Группа Л69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУК БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЙ

Определение содержания органических кислот и их мыл

Rubber, raw styrene-butadiene. Soap and organic acid content. Determination

ГОСТ 19816.1—91

(ИСО 7781—86)

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.93

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания органических кислот и их мыл в бутадиен-стирольном каучуке (БСК). Метод основан на экстракции органических кислот и их мыл из каучука с помощью растворителя. Поэтому на практике, пользуясь этим методом, удобно определять содержание органических кислот и их мыл на отдельных порциях одного экстракта. Поскольку в каучуке присутствуют не только мыла и органические кислоты, но и другие химические соединения, данный метод дает приблизительное значение содержания кислот и их мыл.

Метод применим для всех типов бутадиен-стирольных каучуков, но для маслонаполненных каучуков требуется небольшое уточнение этого метода.

Дополнения и изменения, отражающие требования народного хозяйства, выделены курсивом.

Настоящий стандарт допускается распространять на любые марки синтетических каучуков, получаемых эмульсионной полимеризацией, а также проводить определение органических кислот и их мыл из раствора каучука.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 19338—90* Каучук синтетический. Метод определения потери массы при сушке.

ГОСТ 20292—74** Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки.

ГОСТ 1770—74*** Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Экстрагируют навеску каучука, который нарезан на тонкие полоски, азеотропной смесью этанола и толуола или смесью этанола, толуола и воды. После доведения до стандартного объема отбирают аликвоты экстракта и титруют стандартной кислотой для определения содержания мыла или стандартной щелочью для определения содержания органической кислоты. При анализе маслонаполненных каучуков в качестве контрольной можно использовать вторую аликвотную пробу экстракта, чтобы определить изменение цвета в конечной точке титрования.

Допускается растворять навеску каучука в толуоле или хлороформе с последующим доведением до стандартного объема и титрованием аликвотных частей раствора.

4. РЕАКТИВЫ

Применяют реактивы известной аналитической чистоты, а также дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

При выполнении операций, описанных в настоящем стандарте, соблюдают общепринятые правила техники безопасности.

4.1. Азеотропная смесь этанола и толуола (АСЭТ)

Смешивают 7 объемов этанола с 3 объемами толуола. В другом варианте смешивают 7 объемов этанола технической чистоты с 3 объемами толуола, а затем в течение 4 ч кипятят смесь с безводной окисью кальция (известью) в колбе с обратным холодильником.

4.2. Смесь этанола, толуола и воды

Смешивают 95 см³ АСЭТ (п. 4.1) и 5 см³ воды.

4.3. Гидроокись натрия (точно стандартизованный раствор 0,1 моль/дм³).

---

* Допускается до введения ИСО 248 в качестве государственного стандарта.

** Допускается до введения ИСО 385/1 и ИСО 648 в качестве государственного стандарта.

*** Допускается до введения ИСО 1042 в качестве государственного стандарта.

4.4. Мета-крезоловый пурпурный индикатор

Растворяют 0,1 г *мета*-крезолового пурпурного в 100 см³ этанола или воды и доводят раствор до нейтрального состояния, добавив 2,6 см³ раствора гидроксида натрия (п. 4.3).

4.5. Тимоловый синий индикатор

Растворяют 0,06 г тимолового синего в 6,45 см³ раствора гидроокиси натрия 0,02 моль/дм³ и разбавляют водой до объема 50 см³.

4.6. Соляная кислота (точно стандартизованный раствор 0,05 моль/дм³).

4.7. Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300. Спирт этиловый технический высшего сорта по ГОСТ 17299.

4.8. Калия гидроокись по ГОСТ 24363 или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, водные и спиртовые растворы 0,1 и 0,05 моль/дм³.

4.9. Кислота соляная по ГОСТ 3118, водные и спиртовые растворы *0,05 и 0,01 моль/дм³.*

4.10. Фенолфталеин индикатор по ТУ 6—09—5360—88, спиртовый раствор с массовой долей 1%.

4.11. Крезоловый красный индикатор по ТУ 6—09—07—180—74, спиртовый раствор с массовой долей 0,1%.

4.12. Бромфеноловый синий индикатор по ТУ 6—09—3719—83, спиртовый раствор с массовой долей 0,1%.

4.13. Толуол по ГОСТ 5789.

4.14. Хлороформ высшего сорта по ГОСТ 20015.

5. АППАРАТУРА

5.1. Весы с погрешностью взвешивания ±1 мг.

5.2. Электроплитка.

5.3. Широкогорлая коническая колба номинальной вместимостью от 400 до 500 см³.

5.4. Мерная колба по ГОСТ 1770, вместимостью 250 см³.

5.5. Обратный холодильник.

5.6. Коническая колба вместимостью 250 см³.

Примечание. Вместо оборудования, указанного в пп. 5.5, 5.6, можно использовать экстрактор Сокслета.

5.7. Бюретка по ГОСТ 20292, вместимостью 100 см³.

5.8. Пипетка по ГОСТ 20292, вместимостью 100 см³.

5.9. Автотитратор (необязательное оборудование, необходимо только при использовании индикатора).

5.10. Аппарат для встряхивания жидкостей в сосудах.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЫЛ

Изготовляют около 6 г листованного каучука (высушенного в соответствии с ГОСТ 19338) на лабораторных вальцах, установив

зазор между валками 0,25 мм или менее и поддерживая температуру валков примерно 95°С. После охлаждения разрезают каучук на полоски шириной около 10 мм и длиной около 50 мм, а затем взвешивают с погрешностью до 0,01 г.

Допускается испытывать около 2 г мелконарезанного каучука, взвешенного с погрешностью до 0,0002 г.

Помещают круглую фильтровальную бумагу на дно конической колбы (п. 5.3) и добавляют 100 см³ экстрагирующего растворителя АСЭТ (п. 4.1) для всех каучуков, кроме каучуков, коагулированных квасцами. Для этих материалов следует использовать смесь этанола, толуола и воды (п. 4.2).

Помещают нарезанный каучук в колбу, встряхивая ее после добавления каждой полоски, так, чтобы они хорошо смочились растворителем и их слипание было минимальным.

Присоединяют обратный холодильник (п. 5.5) к колбе (или закрывают горло колбы охлаждающим устройством типа выпарной чашки с холодной водой) и очень осторожно кипятят ее содержимое в течение 1 ч.

Переносят экстракт в мерную колбу (п. 5.4) и обрабатывают каучук второй порцией экстрагирующего растворителя объемом 100 см³. Эта обработка также заключается в кипячении в колбе с обратным холодильником в течение 1 ч. Добавляют вторую порцию экстракта в ту же мерную колбу. Последовательно промывают полоски каучука тремя порциями экстрагирующего растворителя объемом по 10 см³ каждая и также добавляют промывные растворы в мерную колбу. После охлаждения доводят объем жидкости в мерной колбе до метки с помощью растворителя.

Примечание. Можно использовать другой способ, по которому взвешенные полоски каучука заворачивают в фильтровальную бумагу и помещают в экстрактор Сокслета (см. примечание к п. 5.6), а затем проводят экстракцию с помощью АСЭТ (п. 4.1) или смеси этанола, толуола и воды (п. 4.2) с обратным холодильником не менее 4 ч.

После тщательного перемешивания отбирают пипеткой 100 см³ экстракта в коническую колбу (п. 5.6), добавляют 6 капель индикатора *мета*-крезолового пурпурного (п. 4.4) для всех каучуков, кроме каучуков, коагулированных квасцами. Для этих материалов используют индикатор тимоловый синий.

Допускается вместо мета-крезолового пурпурного индикатора добавлять бромфеноловый синий индикатор (п. 4.12) и титровать раствором соляной кислоты (п. 4.9), концентрация которого указана в нормативно-технической документации на каучук.

Титруют аликвоту раствором соляной кислоты (п. 4.6) до первого изменения цвета. Если цвет экстракта настолько темный, что конечная точка титрования будет выражена нечетко (это может произойти при анализе маслонаполненных каучуков), отбирают пипеткой вторую аликвоту экстракта объемом 100 см³ в аналитичес-

кую коническую колбу, добавляют 6 капель индикатора и используют первый раствор в качестве цветового эталона. При сравнении слабое изменение цвета в конечной точке титрования заметить легче. Определение изменения цвета в конечной точке титрования может оказаться очень сложным при анализе маслонаполненного БСК. В этом случае точку эквивалентности более точно можно определить с помощью потенциометрии, поэтому рекомендуется воспользоваться этим методом.

Проводят холостое титрование 100 см³ экстрагирующего растворителя, взятого из той же порции, что и при испытаниях. При этом следует использовать тот же индикатор, что при титровании исследуемой аликвоты экстракта.

Содержание мыл вычисляют по п. 8.1.

6.1. Определение содержания мыл в растворе каучука

В мерную колбу (п. 5.4) помещают около 2 г мелконарезанного каучука, взвешенного с погрешностью до 0,0002 г, 100 см³ толуола (п. 4.13) или хлороформа (п. 4.14), закрывают пробкой, помещают в аппарат для встряхивания и перемешивают до полного растворителя каучука. Затем доводят объем жидкости в мерной колбе до метки растворителем и перемешивают. Отбирают пипеткой (п. 5.8) 100 см³ раствора в коническую колбу (п. 5.6), добавляют 20 см³ этилового спирта, 6 капель бромфенолового синего индикатора (п. 4.12) и титруют спиртовым раствором соляной кислоты (п. 4.9), концентрация которого указана в нормативно-технической документации на каучук, до первого изменения окраски.

Содержание мыл вычисляют по п. 8.1.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ

Выполняют те же операции, что при определении содержания мыл (разд. 6), но титрование аликвоты проводят раствором гидроокиси натрия (п. 4.3), используя в качестве индикатора, например, фенолфталеин.

Содержание органических кислот вычисляют по п. 8.2.

Допускается использовать в качестве индикатора крезоловый красный (п. 4.11) и раствор щелочи (п. 4.8), концентрация которого указана в нормативно-технической документации на каучук.

7.1. Определение содержания органических кислот в растворе каучука

Выполняют те же операции, что при определении содержания мыл (п. 6.1), но титрование аликвоты проводят спиртовым раствором щелочи (п. 4.8), концентрация которого указана в нормативно-технической документации на каучук, используя в качестве индикатора фенолфталеин (п. 4.10) или крезоловый красный (п. 4.11).

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1. Содержание мыла (W_S) в процентах вычисляют по формуле

$$W_S = \frac{25\,(V_1 - V_2)\cdot c_1\,K_S}{m},$$

где V_1 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный при титровании экстракта из каучука, см³;

V_2 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный при холостом титровании, см³;

c_1 — точная концентрация раствора соляной кислоты (п. 4.6), моль/дм³;

m — масса навески каучука, г;

K_S — коэффициент, зависящий от вещества, по которому ведут расчет:

3,06 — по стеарату натрия,

3,68 — по канифоляту натрия,

3,37 — по смеси стеарата и канифолята натрия 50 : 50,

3,22 — по стеарату калия,

3,84 — по канифоляту калия,

3,53 — по смеси стеарата и канифолята калия,

3,45 — по смеси стеарата натрия и канифолята натрия 50 : 50 либо по смеси канифолята натрия и стеарата калия в том же соотношении.

Примечание. Так как мыла не единственные химические соединения, содержащиеся в каучуке, K_S позволяет определить только приближенное значение содержания мыла. Испытания на наличие смолы приведены в приложении.

Дополнительные значения K_S для расчета содержания мыл других органических кислот приведены в таблице.

8.2. Содержание органической кислоты (W_0) в процентах вычисляют по формуле

$$W_0 = \frac{25\,(V_3 - V_4)\cdot c_2\cdot K_0}{m},$$

где V_3 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный при титровании исследуемого раствора, см³;

V_4 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный при холостом титровании, см³;

c_2 — точная концентрация раствора гидроокиси натрия (п. 4.3), моль/дм³;

m — масса навески каучука, г;

K_0 — коэффициент, зависящий от вещества, по которому ведут расчет:

2,84 — по стеариновой кислоте,

3,46 — по смоляной кислоте,

3,15 — по смеси стеариновой и смоляной кислот в соотношении 50 : 50.

Примечание Так как органические кислоты не единственные химические соединения, содержащиеся в каучуке, то K_0 позволяет определить приближенное содержание органической кислоты Испытания на наличие смолы приведены в приложении

Дополнительные значения K_S для расчета содержания других органических кислот приведены в таблице.

Органическая кислота	K_S для мыла		$K_к$
	натриевого	калиевого	
1 Синтетические жирные кислоты C_{10}—C_{13}	2,14	2,30	1,93
2 Смесь синтетических жирных кислот C_{10}—C_{13} и смоляной кислоты в соответствии 3 : 1	2,52	2,70	2,31
3 Смесь синтетических жирных кислот C_{10}—C_{13} и смоляной кислоты в соотношении 1 1	2,92	3,08	2,70
4 Смесь синтетических жирных кислот C_{10}— C_{13} и смоляной кислоты в соотношении 1 3	3,30	3,46	3,08
5 Синтетические жирные кислоты C_{14}—C_{16}	2,46	2,62	2,24
6 Смесь синтетических жирных кислот C_{10}—C_{16} и смоляной кислоты в соотношении 1 : 3,8	3,42	3,58	3,20
7 Смесь синтетических жирных кислот C_{14}—C_{16} и смоляной кислоты в соотношении 1 1	3,06	3,22	2,85

9. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать

подробности, необходимые для полной идентификации образца;

ссылку на настоящий стандарт;

содержание мыл и (или) органических кислот;

по какому соединению проводилась оценка содержания мыл и (или) органической кислоты — по стеариновой кислоте, смеси стеарата натрия и канифолята калия и т. д.;

дату проведения испытания.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ИСПЫТАНИЕ НА НАЛИЧИЕ СМОЛЫ

1. Реактивы

1.1. Уксусный ангидрид.

1.2. Раствор серной кислоты.

Тщательно перемешивают 65 г серной кислоты ($\rho = 1{,}84$ г/см³) с 35 г воды.

1.3. Раствор перманганата калия, c ($KMnO_4$) 0,0002 моль/дм³.

2. Проведение испытания

Перемешивают небольшую часть испытуемого образца примерно с 3 см³ уксусного ангидрида (п. 1.1). Добавляют 2 капли серной кислоты (п. 1.2). Реакция на наличие смолы будет положительной, если смесь приобретет нестойкую фиолетовую окраску, которая в момент максимальной интенсивности ярче, чем окраска раствора перманганата калия.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** Всесоюзным научно-исследовательским институтом синтетического каучука (ВНИИСК)

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2150
   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 7781—86 «Каучук бутадиен-стирольный. Определение содержания органических кислот и их мыл» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. Срок проверки — 1998 г.

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 19816.1—74**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	2, 5
ГОСТ 3118—77	4
ГОСТ 4328—77	4
ГОСТ 5789—78	4
ГОСТ 17299—78	4
ГОСТ 18300—87	4
ГОСТ 19338—90	2, 6
ГОСТ 20015—88	4
ГОСТ 20292—74	2, 5
ГОСТ 24363—80	4
ТУ 6-09-3719—83	4
ТУ 6—09—5360—88	4
ТУ 6—09—07—180—74	4

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб 24 01 92 Подп. в печ. 14.04 92 Усл. печ. л. 0,75 Усл кр.-отт. 0,75 Уч.-изд. л. 0,54
Тир 381 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 863

gost.e-ecolog.ru