ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ГОСТ 19920.2—74, ГОСТ 19920.3—74,
ГОСТ 19920.5-74 — ГОСТ 19920.8-74,
ГОСТ 19920.12-74 — ГОСТ 19920.20-74

Издание официальное

Цена 15 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.762.2.001.4 : 006.354 Группа Л69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ

Метод определения микроструктуры

Stereoregular butadiene synthetic rubbers. Method for determination of microstructure

ГОСТ 19920.2—74*

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 июля 1974 г. № 1689 срок действия установлен

с 01.01.75
до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на бутадиеновые стереорегулярные синтетические каучуки и устанавливает метод определения их микроструктуры.

Сущность метода заключается в определении содержания компонентов микроструктуры полимерных цепей каучука с помощью инфракрасной спектроскопии.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения микроструктуры применяют:

спектрофотометр инфракрасный двухлучевой;

кюветы с бромистым калием или хлористым натрием;

шприц медицинский типа «Рекорд», вместимостью 2—5 см³ (без резиновых уплотнителей);

воронку коническую диаметром 50—55 мм, на узкую часть которой закрепляют шелковую сетку № 32—35 по ГОСТ 4403—77;

аппарат для встряхивания жидкостей;

термостат вакуумный;

бензол по ГОСТ 5955—75;

сероуглерод (ч.д.а.) по ГОСТ 19213—73 перегнанный и осушенный над медью сернокислой;

допускается для каучуков с высоким содержанием *цис*-1,4-звеньев (выше 86%) вместо сероуглерода применять четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288—74; в этом случае содержание

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* Переиздание (декабрь 1988 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1979 г., июне 1984 г. (ИУС 2—80, 9—84).

цис-1,4-звеньев определяется по разности; 100 — сумма содержания 1,2-и *транс*-1,4-звеньев;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87;

циклогексан.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Очистка образцов

Около 1 г мелконарезанного каучука, взятого от средней пробы, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в течение 22—24 ч в 50 см³ бензола; для более быстрого растворения каучука (4—5 ч) используют аппарат для встряхивания.

Раствор фильтруют при помощи воронки, снабженной шелковой сеткой. Для удаления из каучука антиоксидантов, остатков катализатора, масел и других примесей его переосаждают.

Переосаждение осуществляют следующим образом: в стакан вместимостью 250 см³ наливают 120—150 см³ этилового спирта и добавляют небольшими порциями отфильтрованный раствор каучука при постоянном перемешивании стеклянной палочкой — при этом осаждается чистый каучук. Спирт сливают, каучук в стакане промывают 50 см³ спирта, мелко нарезают, помещают на часовое стекло и сушат в вакуумном термостате при 60°С в течение 2—3 ч.

2.2. Приготовление растворов образцов

Приготавливают по 20 см³ растворов испытуемых и контрольных каучуков в сероуглероде: *цис*-1,4-полубутадиеновый каучук 2%-ной (по массе) концентрации, *транс*-1,4- и 1,2-полибутадиены — 0,7%-ной концентрации.

Для этого рассчитанные количества мелконарезанного переосажденного каучука помещают в колбу и растворяют в 20 см³ сероуглерода. При неполном растворении каучука при расчете концентрации следует учесть поправку (K) на растворимость каучука

$$K = \frac{X}{100},$$

где X — растворимость каучука, определенная по ГОСТ 19920.3—74.

2.3. Выбор контрольных веществ

В качестве контрольных веществ используют полимеры, построение из 1,2-; *транс*-1,4-и *цис*-1,4-звеньев, например: *транс*-полибутадиен со 100%-ным содержанием *транс*-1,4-звеньев; каучук СКБ, состоящий из 85%-1,2-звеньев и 15% *транс*-1,4-звеньев; каучук СКД, содержащий 90—97% *цис*-1,4-звеньев. В качестве конт-

рольных веществ можно использовать набор низкомолекулярных модельных соединений; например: гексен-1, децен-1, *транс*-2-гептен, *транс*-2-децен, *цис*-4-октен.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Полученным раствором заполняют шприцем кювету и помещают ее в измерительный канал спектрометра. В пучок сравнения помещают кювету той же толщины, заполненную сероуглеродом. Толщину кювет подбирают так, чтобы достигнуть оптимального пропускания 30—70% аналитических полос.

На приборе типа ИКС-22 записывается спектр испытуемого образца в области 650—1050 $см^{-1}$ (не менее трех раз).

Из спектров определяют оптические плотности в максимуме трех полос поглощения: 740—720, 910 и 967 $см^{-1}$, характеризующие наличие в образце *цис*-1,4; 1,2- и *транс*-1,4-звеньев соответственно.

При использовании полосы поглощения в области 740—720 $см^{-1}$ для определения *цис*-1,4-комплекта в каучуке нужно учитывать следующее: в образцах с высоким содержанием *цис*-1,4-звеньев 95%) максимум полосы расположен при $V=740$ $см^{-1}$. С понижением в образце содержания *цис*-1,4-звеньев до 5% положение максимума смещается до 724 $см^{-1}$.

Оптические плотности полос поглощения отсчитывают от базисных линий, проведенных через точки минимума поглощения полос. При небольшом содержании *транс*-1,4-звеньев фон проводят по методу модифицированной (основной) линии: через спектр проводят две касательные: к рассматриваемому участку спектра и через максимум пропускания с обеих сторон измеренной полосы. В результате получают величины поглощения D_1 и D_2, находят среднее значение D_0.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание 1,2-; *транс*-1,4-и *цис*-1,4-звеньев ($X_{1,2}$—$X_{1,4}$-*транс* и $X_{1,4}$-*цис*) в процентах вычисляют по формулам:

$$X_{1,2}=\frac{D_{910}\cdot 100}{s\cdot\eta\cdot C\cdot K_{910}},$$

$$X_{1,4}\text{-}транс=\frac{D_{967}\cdot 100}{s\cdot C\cdot\eta\cdot K_{967}},$$

$$X_{1,4}\text{-}цис=\frac{D_{740}\cdot 100}{s\cdot C\cdot\eta\cdot K_{740}},$$

где D_i — оптическая плотность для полос поглощения 910; 967 и 740 $см^{-1}$;

s — толщина кюветы, см;

C — концентрация раствора, моль/дм³;

η — непредельность, условно принятая для каучука СКД, выпускаемого в промышленном масштабе, равной 1;

K_ν — коэффициент поглощения полос 910, 967 и 740 см$^{-1}$, дм³/моль·см.

4.2. Для определения коэффициентов поглощения (K_ν) проводят аналогичные испытания для контрольных веществ.

Коэффициент поглощения (K_ν) в дм³/моль·см вычисляют по формуле

$$K_\nu = \frac{D_\nu \cdot 100}{s \cdot C \cdot \eta \cdot X_{\text{контр.}}},$$

где $X_{\text{контр.}}$ — содержание 1,2-*транс*-1,4 или *цис*-1,4-звеньев в контрольном веществе, %.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 2 абс. %.

Чувствительность метода 2 абс. %.

Допускается при выводе коэффициентов поглощения (K_ν) для *транс*-1,4-звеньев и 1,2-звеньев использовать в качестве растворителя четыреххлористый углерод, а для *цис*-1,4-звеньев — циклогексан.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Группа Л69

Изменение № 3 ГОСТ 19920.2—74 Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения микроструктуры

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 16.09.92 № 1194

Дата введения 01.01.93

Под наименованием стандарта проставить код: **ОКСТУ 2209.**

Пункт 2.1. Первый абзац. Заменить слова: «взятого от средней пробы» на «взятого от объединенной пробы, приготовленной по п. 4.3 ГОСТ 27109—86».

(ИУС № 12 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru