ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУК СИНТЕТИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ

ГОСТ 19816.5—74

Издание официальное

1 р. 10 к. БЗ 6—91

БИНТИКИ

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.7:546.212.06:006.354 Группа Л69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУК СИНТЕТИЧЕСКИЙ

Метод определения массовой доли воды

Synthetic rubber. Method for determination of water fraction of total mass

ГОСТ 19816.5—74

ОКСТУ 2209

Срок действия с 01.01.75
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на синтетические высоко- и низкомолекулярные каучуки всех типов, кроме каучуков на основе кремнийорганических соединений, и устанавливает в них метод определения массовой доли воды.

Сущность метода заключается во взаимодействии воды с реактивом Фишера, представляющим собой раствор йода, сернистого ангидрида и пиридина в метанол-яде.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88.

Мешалка магнитная.

pH-метр-милливольтметр pH-673 (М) или схема электрическая по ГОСТ 14870—77.

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74 с темной склянкой.

Колба с тремя горловинами плоскодонная с взаимозаменяемыми конусами вместимостью 250—500 см³.

Колба Кн-1—50 (100) или П-1—50 (100) по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Трубка ТХ-П-2 по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 2—2—2, 2—2—5, 2—2—10 и 2—2—20 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74.

Эксикатор 2—140 (190) по ГОСТ 20292—74.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1974
© Издательство стандартов, 1992
Переиздание с изменениями

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

Кальций хлористый или силикагель по ГОСТ 3956—76.

Толуол по ГОСТ 5789—78, содержащий не более 0,03% воды.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88 (высший сорт или фармакопейный), содержащий не более 0,03% воды.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77, абсолютированный, содержащий не более 0,04% воды.

Смесь спиртотолуольная 70 : 30 (по объему).

Реактив Фишера, титрованный раствор, 1 см³ которого соответствует 0,0002—0,0012 г воды.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Подготовка аппаратуры

В реакционную колбу, установленную на магнитной мешалке, вливают такое количество метанола-яда, чтобы в него были погружены концы платиновых электродов, и помещают в него магнит. Тубус *А* реакционной колбы закрывают хлоркальциевой трубкой, а к тубусу *Б* присоединяют бюретку для титрования и включают мешалку. Подключают электроды к электрической схеме и титруют остаток влаги во влитом в реактор метанол-яде концентрированным реактивом Фишера, вводя его при помощи пипетки через боковой тубус. Допускается введение в реакционную колбу вместо метанол-яда смеси метанола-яда и хлороформа (1 : 3 по объему) или хлороформа.

При использовании хлороформа для увеличения электропроводности раствора в реакционную колбу вводят одну каплю воды (по инструкции к прибору).

Вся применяемая посуда предварительно должна быть максимально обезвожена по ГОСТ 14870—77.

2.2. *Приготовление концентрированного и титрованного раствора реактива Фишера*

Реактив Фишера выпускается в виде комплекта, состоящего из двух бутылок; в бутылке *1* содержится раствор сернистого ангидрида в пиридине и в бутылке *2* — раствор йода в метанол-яде. Концентрированный реактив Фишера готовят в темной склянке, смешивая 100 см³ раствора из бутылки 1 и 217 см³ раствора из бутылки 2.

Для приготовления титрованного раствора в темную склянку от микробюретки наливают 100 см³ раствора из бутылки № *1*; 217 см³ раствора из бутылки № 2 и до 1 дм³ — абсолютированного метанол-яда. Полученный раствор тщательно перемешивают.

Верхний конец бюретки закрывают хлоркальциевой трубкой с краном, а к трубке для передавливания раствора из склянки в бюретку присоединяют хлоркальциевую трубку, закрытую заглушкой.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. *Установление титра реактива Фишера*

Титр полученного реактива устанавливают на следующие сутки после его приготовления. Для этого составляют смесь с известной массовой долей воды. В мерную колбу вместимостью 50 см³ наливают 20—30 см³ абсолютированного метанол-яда, закрывают пробкой и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Затем пипеткой наливают в колбу 0,1—0,2 см³ воды и снова взвешивают. Колбу доливают до метки тем же метанол-ядом и перемешивают. В реакционную колбу, содержащую предварительно оттитрованный метанол-яд по п. 2.1, наливают 2 см³ приготовленной спиртоводной смеси, включают прибор и мешалку и титруют реактивом из бюретки до установления стрелки прибора в положении, указывающем на конец титрования.

Параллельно проводят титрование метанол-яда, взятого для приготовления спиртоводной смеси. Для этого 5 см³ метанол-яда отмеривают пипеткой в реактор и титруют реактивом из бюретки.

Проводят три—четыре параллельных титрования и вычисляют среднее арифметическое значение расхода титранта по результатам, расхождение между которыми не превышает 0,3 см³ для спиртоводной смеси и 0,1 см³ для метанола-яда.

Титр реактива Фишера в граммах воды на мл (T) вычисляют по формуле

$$T=\frac{C}{V-0,4V_1},$$

где C — массовая доля воды в 2 см³ спиртоводной смеси, г;

V_1 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование 5 см³ абсолютированного метанол-яда, см³;

V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование 2 см³ спиртоводного раствора, см³.

Примечание. Титр раствора проверяют каждые двое-трое суток.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. *Подготовка пробы к анализу*

2.4.1. *Подготовка пробы высокомолекулярного каучука*

В коническую колбу вместимостью 100 см³ помещают 2 г измельченного каучука, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, наливают 15—20 см³ спирто-толуольной смеси (70 : 30 по объему) и кипятят с обратным холодильником, закрытым сверху хлоркальциевой трубкой, на песчаной бане.

По истечении 1 ч колбу охлаждают и отбирают пипеткой 10 см³ экстракта на титрование. Параллельно проводят контрольный опыт в условиях анализа.

2.4.2. Подготовка пробы *низкомолекулярного каучука*

1—2 г низкомолекулярного каучука вводят непосредственно в реакционную колбу титратора при помощи стеклянной палочки

или пипетки из стаканчика вместимостью 50 см³. Навеску вычисляют по разности масс стаканчика с каучуком и палочкой или пипеткой до и после введения пробы.

Если низкомолекулярный каучук обладает значительной вязкостью, то его предварительно растворяют в хлороформе. Для этого во взвешенную плоскодонную колбу вместимостью 100 см³ помещают от 1 до 2 г каучука и взвешивают. По разности между взвешиваниями вычисляют массу пробы.

В колбу вводят пипеткой 20 см³ хлороформа, перемешивают до растворения навески и отбирают 10 см³ раствора на титрование. Параллельно проводят контрольный опыт в условиях анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.3. Подготовка пробы низкомолекулярного каучука, взаимодействующего с реактивом Фишера или образующего пленку на платиновых электродах.

В колбу для отгонки вместимостью 100 см³, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают навеску 2,0—2,5 г каучука и снова взвешивают с той же погрешностью. После этого в колбу добавляют 20 см³ толуола, закрывают пробкой и встряхивают до растворения каучука. После растворения в колбу добавляют несколько кусочков пористого материала и присоединяют ее к прибору для отгонки. Прибор состоит из собранных на шлифах холодильника аллонжа и приемника.

К отводу холодильника присоединяют хлоркальциевую трубку и отгоняют 16—18 см³ растворителя. Затем приемник отсоединяют, закрывают пришлифованной пробкой, встряхивают и переводят содержимое в реакционную колбу титратора.

Параллельно проводят контрольный опыт: титруют 20 см³ толуола, который предварительно помещают в колбу для отгонки и перегоняют в приемник.

2.4.1—2.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1)**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В реакционную колбу титратора, подготовленную по п. 2.1, вводят через тубус *А* пробу каучука, приготовленную по одному из пп. 2.4.1, 2.4.2 или 2.4.3, и титруют ее реактивом Фишера до установления стрелки прибора в положении, указывающем на конец титрования. Аналогично титруют растворы контрольных опытов.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю воды (*X*) в процентах вычисляют по формулам:

при испытании пробы, приготовленной по п. 2.4.1 и 2.4.2 в случае предварительного растворения пробы

$$X=\frac{(V_1-V)\cdot T\cdot V_2\cdot 100}{m\cdot 10},$$

при испытании пробы, приготовленной по п. 2.4.2

$$X=\frac{v_1\cdot T\cdot 100}{m};$$

при испытании пробы, приготовленной по п. 2.4.3

$$X=\frac{(v_1-v)\cdot T\cdot 100}{m},$$

где v — количество реактива Фишера, израсходованное на титрование контрольного опыта, см^3;

v_1 — количество реактива Фишера, израсходованное на титрование пробы, см^3;

T — титр реактива Фишера, выраженный в граммах воды/мл;

V_2 — объем спирто-толуольной смеси, взятый для экстрагирования каучука или хлороформа, взятого для растворения каучука, см^3;

m — масса навески каучука, г;

10 — количество экстракта, взятое для анализа, см^3.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 15 отн. % по отношению к найденному среднему значению.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Исключено, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Кормер В. А., Исакова Н. А., Риськин Р. П., Храмченко Н. И., Марченко Е. П.

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.05.74 № 1259

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1.1
ГОСТ 3956—76	1.1
ГОСТ 5789—78	1.1
ГОСТ 6995—77	1.1
ГОСТ 14870—77	1.1; 2.1
ГОСТ 20015—88	1.1
ГОСТ 20292—74	1.1
ГОСТ 24104—88	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1

5. **Срок действия продлен до 01.01.96** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.06.90 № 1804

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (декабрь 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1984 г., июне 1990 г. (ИУС 9—84, 10—90)

Редактор *Л. И. Нахимова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *И. Л. Асауленко*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в набор 18.02.92 Подп. в печ.07.04.92. Усл. печ. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,33. Тир. 920 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 978