24654-81
Изм.1

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВЯЗАННОГО СТИРОЛА И α-МЕТИЛСТИРОЛА

ГОСТ 24654—81
(СТ СЭВ 1693—79)

Издание официальное



Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. В. Перина, О. В. Сигов, З. Н. Попова

ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Зам. министра А. И. Лукашов

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 марта 1981 г. № 1613

УДК 678.7 : 543.06 : 006.354 Группа Л69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Метод определения связанного стирола и α-метилстирола

Synthetic rubbers. Method for determination of bound styrene content and α-methylstyrene

ГОСТ 24654—81 (СТ СЭВ 1693—79)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 марта 1981 г. № 1613 срок действия установлен

с 01.03. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

до 01.01.91 / ИУС 3-85

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли связанного стирола или α-метилстирола в синтетических каучуках, содержащих не более 55% связанного стирола или α-метилстирола.

Стандарт не распространяется на бутадиенстирольные каучуки, получаемые полимеризацией в растворе.

Сущность метода заключается в определении массовой доли связанного стирола или α-метилстирола по коэффициенту преломления при помощи рефрактометра типа Аббе.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1693—79.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор и подготовка проб — по СТ СЭВ 803—77.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Рефрактометр типа Аббе.

Лампа рассеянного света.

Пластинка стеклянная, используемая в качестве эталона для градуирования прибора.

Баня песчаная или водяная.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1981

Шкаф сушильный вакуумный.

Термостат.

Стекло часовое.

Чашка Петри.

Лампа инфракрасного излучения.

Колба плоскодонная по ГОСТ 10394—72, вместимостью 250 см³, снабженная воздушным холодильником.

Колба коническая по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100 см³, с притертой пробкой.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 и 100 см³.

Хлороформ, ч. д. а.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299—78 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Смесь спиртотолуольная 70 : 30.

α-бромнафталин для градуирования прибора, ч. д. а.

Фольга алюминиевая по ГОСТ 745—73 или ацетатная.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Экстрагирование и сушка пробы

Из развальцованной шкурки каучука толщиной не более 0,5 мм отбирают пробу массой около 3 г и разрезают на кусочки размером приблизительно 2×2 мм. В плоскодонную колбу вместимостью 250 см³ наливают 100 см³ спиртотолуольной смеси. В эту же колбу помещают пробу при перемешивании так, чтобы избежать слипания кусочков каучука. Колбу присоединяют к воздушному холодильнику, нагревают на песчаной или водяной бане до кипения и кипятят в течение 1 ч. Затем экстракт сливают в коническую колбу, а каучук заливают 100 см³ свежей спиртотолуольной смеси и проводят экстрагирование повторно в течение 1 ч.

Экстрагированный каучук удаляют из колбы, помещают на часовое стекло и сушат в вакуумном сушильном шкафу при 100°С в течение 1 ч.

Одновременно проводят экстрагирование двух проб каучука.

Для маслонаполненных каучуков, содержащих темные масла, экстрагирование пробы проводят три раза по 1 ч с применением свежих порций (по 100 см³) спиртотолуольной смеси.

3.2. Изготовление прессованной шкурки (основной способ)

От каждой экстрагированной и высушенной пробы отбирают не менее трех кусочков каучука, помещают каждый из них между

двумя листами алюминиевой или ацетатной фольги размером 100×100 мм и прессуют в течение 5 мин при 100°С и давлении не менее 2,0 МПа (20 кгс/см²). После этого прессованные образцы охлаждают до комнатной температуры в прессе при том же давлении, выдерживают в этих условиях в течение 10 мин. Затем прессованную шкурку вынимают из холодного пресса и передают на испытание.

3.3. Изготовление пленки каучука (дополнительный способ)

Экстрагированную и высушенную пробу каучука помещают в коническую колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ и растворяют ее при перемешивании в 50 см³ хлороформа. Затем разливают раствор в три чашки Петри и сушат под лампой инфракрасного излучения до полного испарения хлороформа, не допуская оплавления пленок.

3.4. Подготовка прибора

Перед началом испытания температуру рефрактометра с помощью циркуляционной воды из термостата устанавливают на (25±0,1)°С. Далее проверяют градуировку прибора по показателю преломления эталонной стеклянной пластинки, укрепляемой на рефрактометре, каплей α-бромнафталина. После этого призмы прибора протирают этиловым спиртом. В случае измерения коэффициента преломления при другой температуре коэффициент преломления (n_D^{25}) определяют по формуле

$$n_D^{25}=n_D^T+0{,}00037\ (T-25),$$

где n_D^{25} — коэффициент преломления при 25°С,

n_D^T — коэффициент преломления при T°С;

T — температура измерения, °С.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Из подготовленных по пп. 3.2 или 3.3 образцов для испытания вырезают образцы в виде полосок каучука с размерами, соответствующими типу применяемого рефрактометра. От полоски прессованной шкурки отделяют фольгу. Образец должен быть прозрачным и не иметь воздушных пузырьков. Помещают образец между призмами рефрактометра и выдерживают в течение 1 мин для выравнивания температуры.

4.2. Компенсатор устанавливают так, чтобы образовалась четкая, почти бесцветная разделительная линия между светлым и темным полями. Затем разделительную линию перемещают в точку скрещивания волосков из положения, при котором точка скрещивания волосков находится в светлой части поля.

Коэффициент преломления измеряют два раза для каждой полоски каучука, при этом допускаемые расхождения между отсчетами не должны превышать ±0,0001.

4.3. За коэффициент преломления пробы анализируемого каучука принимают среднее арифметическое коэффициентов преломления полосок, отобранных от трех шкурок или пленок.

4.4. За коэффициент преломления анализируемого каучука принимают среднее арифметическое коэффициентов преломления двух одновременно экстрагированных проб каучука, при этом допускаемые расхождения между ними не должны превышать ±0,0002.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю связанного стирола (X_1) в процентах определяют по табл. 1, приведенной в рекомендуемом приложении, или вычисляют по формуле

$$X_1 = 23{,}50 + 1164(n_D^{25} - 1{,}5346) - 3497(n_D^{25} - 1{,}5346)^2,$$

где n_D^{25} — коэффициент преломления анализируемого каучука при 25°С;

23,50 — массовая доля связанного стирола для стандартного бутадиенстирольного каучука, полученного при соотношении бутадиена к стиролу 70 : 30 (по массе), %;

1164 — коэффициент пересчета в проценты разности показателей преломления стандартного и анализируемого каучуков;

1,5346 — коэффициент преломления при 25°С стандартного каучука, содержащего 23,50% связанного стирола;

$3497\ (n_D^{25} - 1{,}5346)^2$ — величина, учитывающая нелинейность зависимости показателя преломления от содержания стирола.

5.2. Массовую долю связанного α-метилстирола (X_2) в процентах определяют по табл. 2, приведенной в рекомендуемом приложении, или вычисляют по формуле

$$X_2 = 24{,}33 + 1232\,(n_D^{25} - 1{,}5342) - 3966\,(n_D^{25} - 1{,}5342)^2,$$

где n_D^{25} — коэффициент преломления анализируемого каучука при 25°С;

24,33 — массовая доля связанного α-метилстирола для стандартного бутадиенстирольного каучука, полученного при соотношении бутадиена к α-метилстиролу 68 : 32 (по массе), %;

1232 — коэффициент пересчета в проценты разности показателей преломления стандартного и анализируемого каучуков;

1,5342 — коэффициент преломления при 25°С стандартного каучука, содержащего 24,33% связанного α-метилстирола;

$3966\ (n_D^{25} - 1{,}5342)^2$ — величина, учитывая нелинейность зависимости показателя преломления от содержания α-метилстирола.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

Таблица 1

Массовая доля связанного стирола в зависимости от коэффициента преломления (n_D^{25}), %

n_D^{25}	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1,515	—	—	—	—	—	0,05	0,18	0,31	0,44	0,57
1,516	0,70	0,83	0,96	1,09	1,22	1,34	1,47	1,60	1,73	1,86
1,517	1,99	2,12	2,25	2,37	2,50	2,63	2,76	2,89	3,02	3,14
1,518	3,27	3,40	3,53	3,66	3,78	3,91	4,04	4,17	4,29	4,42
1,519	4,55	4,67	4,80	4,93	5,06	5,18	5,31	5,44	5,56	5,69
1,520	5,82	5,94	6,07	6,20	6,32	6,45	6,57	6,70	6,83	6,95
1,521	7,08	7,20	7,33	7,46	7,58	7,71	7,83	7,96	8,08	8,21
1,522	8,33	8,46	8,58	8,71	8,83	8,96	9,08	9,21	9,33	9,46
1,523	9,58	9,71	9,83	9,95	10,08	10,20	10,33	10,45	10,57	10,70
1,524	10,82	10,95	11,07	11,19	11,32	11,44	11,56	11,69	11,81	11,93
1,525	12,06	12,18	12,30	12,43	12,55	12,67	12,79	12,92	13,04	13,16
1,526	13,28	13,41	13,53	13,65	13,77	13,89	14,02	14,14	14,26	14,38
1,527	14,50	14,62	14,75	14,87	14,99	15,11	15,23	15,35	15,47	15,60
1,528	15,72	15,84	15,96	16,08	16,20	16,32	16,44	16,56	16,68	16,80
1,529	16,92	17,04	17,16	17,28	17,40	17,52	17,64	17,76	17,88	18,00
1,530	18,12	18,24	18,36	18,48	18,60	18,72	18,84	18,96	19,08	19,19
1,531	19,31	19,43	19,55	19,67	19,79	19,91	20,03	20,14	20,26	20,38
1,532	20,50	20,62	20,73	20,85	20,97	21,09	21,21	21,32	21,44	21,56
1,533	21,68	21,79	21,91	22,03	22,15	22,26	22,38	22,50	22,61	22,73
1,534	22,85	22,96	23,08	23,20	23,31	23,43	23,55	23,66	23,78	23,90
1,535	24,01	24,13	24,24	24,36	24,47	24,59	24,71	24,82	24,94	25,05
1,536	25,17	25,28	25,40	25,51	25,63	25,74	25,86	25,97	26,09	26,20
1,537	26,32	26,43	26,55	26,66	26,78	26,89	27,00	27,12	27,23	27,35
1,538	27,46	27,58	27,69	27,80	27,92	28,03	28,14	28,26	28,37	28,48
1,539	28,60	28,71	28,82	28,94	29,05	29,16	29,28	29,39	29,50	29,61
1,540	29,73	29,84	29,95	30,06	30,18	30,29	30,40	30,51	30,62	30,74
1,541	30,85	30,96	31,07	31,18	31,30	31,41	31,52	31,63	31,74	31,85
1,542	31,96	32,07	32,19	32,30	32,41	32,52	32,63	32,74	32,85	32,96
1,543	33,07	33,18	33,29	33,40	33,51	33,62	33,73	33,84	33,95	34,06
1,544	34,17	34,28	34,39	34,50	34,61	34,72	34,83	34,94	35,05	35,16
1,545	35,27	35,38	35,48	35,59	35,70	35,81	35,92	36,03	36,14	36,25
1,546	36,36	36,46	36,57	36,68	36,79	36,89	37,00	37,11	37,22	37,33
1,547	37,43	37,54	37,65	37,76	37,86	37,97	38,08	38,19	38,29	38,40
1,548	38,51	38,61	38,72	38,83	38,93	39,04	39,15	39,25	39,36	39,47
1,549	39,57	39,68	39,79	39,89	40,00	40,10	40,21	40,32	40,42	40,53
1,550	40,63	40,74	40,84	40,95	41,05	41,16	41,26	41,37	41,47	41,58
1,551	41,68	41,79	41,89	42,00	42,10	42,21	42,31	42,42	42,52	42,63
1,552	42,73	42,83	42,94	43,04	43,15	43,25	43,35	43,46	43,56	43,66
1,553	43,77	43,87	43,97	44,08	44,18	44,28	44,39	44,49	44,59	44,70
1,554	44,80	44,90	45,00	45,11	45,21	45,31	45,41	45,52	45,62	45,72
1,555	45,82	45,92	46,03	46,13	46,23	46,33	46,43	46,54	46,64	46,74

Продолжение табл. 1

n_D^{25}	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1,556	46,84	46,94	47,04	47,14	47,25	47,35	47,45	47,55	47,65	47,75
1,557	47,85	47,95	48,05	48,15	48,25	48,35	48,45	48,55	48,66	48,75
1,558	48,85	48,95	49,05	49,15	49,25	49,35	49,45	49,55	49,65	49,75
1,559	49,85	49,95	50,05	50,15	50,25	50,35	50,44	50,54	50,64	50,74
1,560	50,84	50,94	51,04	51,13	51,23	51,33	51,43	51,53	51,63	51,72
1,561	51,82	51,92	52,02	52,11	52,21	52,31	52,41	52,50	52,60	52,70
1,562	52,80	52,89	52,99	53,09	53,18	53,28	53,38	53,47	53,57	53,67
1,563	53,76	53,86	53,96	54,05	54,15	54,25	54,34	54,44	54,53	54,63
1,564	54,73	54,82	54,92	55,01	55,11	55,20	55,30	55,39	55,49	55,58

Таблица 2

Массовая доля связанного α-метилстирола в зависимости от коэффициента преломления (n_D^{25}), %

n_D^{25}	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1,515	—	—	—	—	—	—	0,04	0,18	0,32	0,46
1,516	0,60	0,73	0,87	1,01	1,15	1,28	1,42	1,56	1,69	1,83
1,517	1,97	2,10	2,24	2,38	2,51	2,65	2,79	2,92	3,06	3,20
1,518	3,33	3,47	3,60	3,74	3,88	4,01	4,15	4,28	4,42	4,55
1,519	4,69	4,82	4,96	5,09	5,23	5,36	5,50	5,63	5,77	5,90
1,520	6,04	6,17	6,31	6,44	6,58	6,71	6,84	6,98	7,11	7,24
1,521	7,38	7,51	7,64	7,77	7,91	8,04	8,18	8,31	8,44	8,57
1,522	8,71	8,84	8,98	9,11	9,24	9,37	9,51	9,64	9,77	9,90
1,523	10,03	10,16	10,30	10,43	10,56	10,69	10,83	10,96	11,09	11,22
1,524	11,35	11,48	11,61	11,74	11,88	12,01	12,14	12,27	12,40	12,53
1,525	12,66	12,79	12,92	13,05	13,18	13,31	13,44	13,57	13,70	13,83
1,526	13,96	14,09	14,22	14,35	14,48	14,61	14,74	14,87	15,00	15,12
1,527	15,25	15,38	15,51	15,64	15,77	15,90	16,03	16,15	16,28	16,41
1,528	16,54	16,67	16,80	16,92	17,05	17,18	17,31	17,43	17,56	17,69
1,529	17,82	17,94	18,07	18,20	18,33	18,45	18,58	18,70	18,83	18,96
1,530	19,09	19,21	19,34	19,46	19,59	19,71	19,84	19,97	20,10	20,22
1,531	20,35	20,47	20,60	20,72	20,85	20,97	21,10	21,22	21,35	21,47
1,532	21,60	21,72	21,85	21,97	22,10	22,22	22,35	22,47	22,60	22,72
1,533	22,85	22,97	23,09	23,21	23,34	23,46	23,59	23,71	23,84	23,96
1,534	24,08	24,20	24,33	24,45	24,58	24,70	24,82	24,94	25,07	25,19
1,535	25,31	25,43	25,56	25,68	25,80	25,92	25,05	26,17	26,29	26,41
1,536	26,53	26,65	26,78	26,90	27,02	27,14	27,26	27,38	27,51	27,63
1,537	27,75	27,87	27,99	28,11	28,23	28,35	28,47	28,59	28,71	28,83
1,538	28,95	29,07	29,19	29,31	29,43	29,55	29,67	29,79	29,91	30,03
1,539	30,15	30,27	30,39	30,51	30,63	30,75	30,87	30,99	31,11	31,22
1,540	31,34	31,46	31,58	31,70	31,82	31,93	32,05	32,17	32,29	32,41
1,541	32,53	32,64	32,76	32,87	32,99	33,11	33,23	33,34	33,46	33,58
1,542	33,70	33,81	33,93	34,04	34,16	34,28	34,40	34,51	34,63	34,74
1,543	34,86	34,98	35,10	35,21	35,33	35,44	35,56	35,67	35,79	35,90

Продолжение табл. 2

n_D^{25}	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1,544	36,02	36,13	36,25	36,36	36,48	36,59	36,71	36,82	36,93	37,05
1,545	37,17	37,28	37,40	37,51	37,63	37,74	37,86	37,97	38,09	38,20
1,546	38,31	38,42	38,54	38,65	38,77	38,88	38,99	39,10	39,22	39,34
1,547	39,45	39,56	39,67	39,78	39,90	40,01	40,13	40,24	40,35	40,46
1,548	40,58	40,69	40,80	40,91	41,02	41,13	41,25	41,36	41,47	41,58
1,549	41,69	41,80	41,92	42,03	42,14	42,25	42,36	42,47	42,58	42,69
1,550	42,80	42,91	43,03	43,14	43,25	43,36	43,47	43,58	43,69	43,80
1,551	43,91	44,02	44,13	44,24	44,35	44,45	44,56	44,67	44,78	44,89
1,552	45,00	45,11	45,22	45,33	45,44	45,54	45,65	45,76	45,87	45,98
1,553	46,09	46,19	46,30	46,41	46,52	46,63	46,74	46,84	46,95	47,06
1,554	47,17	47,27	47,38	47,49	47,60	47,70	47,81	47,91	48,02	48,13
1,555	48,24	48,34	48,45	48,55	48,66	48,77	48,88	48,98	49,09	49,19
1,556	49,30	49,41	49,52	49,62	49,72	49,82	49,93	50,03	50,14	50,25
1,557	50,36	50,46	50,57	50,67	50,78	50,88	50,98	51,08	51,19	51,29
1,558	51,40	51,50	51,61	51,71	51,82	51,92	52,03	52,13	52,23	52,33
1,559	52,44	52,54	52,65	52,75	52,86	52,96	53,06	53,16	53,27	53,37
1,560	53,47	53,57	53,68	53,78	53,88	53,98	54,09	54,19	54,29	54,39
1,561	54,50	54,60	54,70	54,80	54,90	55,00	55,10	55,20	55,31	55,41

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 02.06.81 Подп. к печ. 21.07.81 0,75 п. л. 0,58 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3.
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 923

Группа Л69

Изменение № 1 ГОСТ 24654—81 Каучуки синтетические. Методы определения связанного стирола и α-метилстирола

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 18.12.89 № 3762

Дата введения 01.01.91

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2509.

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «а также в каучуках, получаемых полимеризацией в растворе с содержанием связанного стирола не более 45 %»;

второй, четвертый абзацы исключить.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 803—77 на ГОСТ 27109—86.

Раздел 2. Пятый абзац дополнить словами: «или сушильный шкаф»;

десятый, одиннадцатый абзацы. Заменить ссылку: ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82;

пятнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

восемнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 745—73 на ГОСТ 745—79.

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

Часы сигнальные по ГОСТ 3145—84.

Колба мерная по ГОСТ 1770—74 вместимостью 250 $см^3$.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Кальций хлористый».

(Продолжение см. с. 334)

Пункт 3.1. Первый абзац дополнить словами: «Экстракт сливают в ту же мерную колбу. После этого пробу в колбе для экстрагирования трижды промывают спиртотолуольной смесью порциями по 10 $см^3$ и сливают в ту же мерную колбу»;

заменить слова: «около 3 г» на 2—3 г, «коническую» на «мерную»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Экстрагированную пробу переносят на часовое стекло или чашку из фольги, предварительно высушенные до постоянной массы при температуре 105—110 °С в сушильном шкафу или вакуумном сушильном шкафу.

Часовое стекло (или чашку из фольги) с экстрагированной пробой сушат в сушильном или вакуумном сушильном шкафу при температуре 105—110 °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием в течение 30 мин и взвешивают. Пробу сушат до постоянной массы, повторяя сушку в течение 30 мин и охлаждение в эксикаторе в течение 30 мин»;

дополнить абзацами: «Экстракт охлаждают до комнатной температуры, мерную колбу заполняют до метки спиртотолуольной смесью и тщательно перемешивают содержимое колбы.

Этот раствор используют для определения содержания органических кислот и их мыл, а также стабилизаторов».

Пункт 3.2. Заменить значение: 100×100 мм на (100±30)×(100±30) мм; 100 °С на (100±2) °С.

Пункт 3.3. Заменить слова: «три чашки Петри» на «чашку Петри», «испарения хлороформа» на «испарения хлороформа (до постоянной массы)».

Пункт 4.1. Заменить значение: 1 мин на 5 мин.

(ИУС № 3 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru