МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АГИДОЛА-2

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.762.2.001.4 : 006.354 Группа Л69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ

Метод определения массовой доли агидола-2

ГОСТ 19920.12—74*

Stereoregular butadiene synthetic rubbers.
Method for determination of agidol-2 mass percentage

ОКСТУ 2209

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 июля 1974 г. № 1689 дата введения установлена 01.01.75

Снято ограничение срока действия Постановлением Госстандарта от 28.11.91 № 1834

Настоящий стандарт распространяется на бутадиеновые стереорегулярные синтетические каучуки и устанавливает метод определения массовой доли агидола-2.

Сущность метода заключается в определении концентрации агидола-2 в спиртовом экстракте каучука по разности оптических плотностей «щелочного» и «нейтрального растворов» УФ-области спектра.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения массовой доли агидола-2 применяют:

спектрофотометр СФ-26, СФ-46 или другой с аналогичными метрологическими характеристиками;

весы лабораторные по ГОСТ 24104—88, 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса с наибольшим пределом взвешивания 500 г;

плитку электрическую любого типа по ГОСТ 14919—83;

баню водяную;

колбу П (Кн)-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82 с воздушным холодильником (длина 1000 мм, диаметр 10—12 мм) на шлифах;

колбы 2—25—2, 2—50—2 и 2—100—2 по ГОСТ 1770—74;

цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74;

пипетку 6—2—5 по НТД;

стакан В-1—100 ТС по ГОСТ 25336—82;

воронку В-36—50 ХС по ГОСТ 25336—82;

насос водоструйный по ГОСТ 25336—82;

колбу Бунзена с тубусом 1—250 по ГОСТ 25336—82;

воронку Бюхнера 1 (2) по ГОСТ 9147—80;

спирт этиловый технический ректификованный по ГОСТ 18300—87, высший сорт;

гексан по ТУ 6—09—3375—73, ч;

гидроокись калия реактивную по ГОСТ 24363—89, ч. д. а;

антиоксидант агидол-2 марки Б по НД.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Издание (июль 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1979 г., июне 1984 г., сентябре 1992 г. (ИУС 2—80, 9—84, 12—92).*

© Издательство стандартов, 1974
© ИПК Издательство стандартов, 2000

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Приготовление спиртового раствора щелочи

От 5,9 до 6,1 г гидроокиси калия, взвешенной на весах 4-го класса, растворяют в 100 см^3 предварительно прокипяченного в течение 2 ч со щелочью, а затем отогнанного этилового спирта. Раствор хранят в темном месте. Срок годности раствора 1 мес.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. Перекристаллизация агидола-2

От 4,5 до 5,5 г агидола-2, взвешенного на весах 4-го класса, растворяют при нагревании в 60 см^3 гексана и фильтруют горячий раствор через бумажный фильтр. После выпадения при постепенном охлаждении значительного количества кристаллов раствор охлаждают водой для завершения кристаллизации. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают небольшим количеством растворителя и сушат на воздухе. Выход около 50 %.

2.3. Калибрование спектрофотометра

В пять мерных колб вместимостью по 100 см^3 берут навески перекристаллизованного агидола-2 от 0,010 до 0,020 г, взвешенные на весах 2-го класса, растворяют их в спирте, доводят объем растворов до метки и перемешивают. Растворы разбавляют в десять раз, для чего 5 см^3 раствора доводят до метки спиртом в мерной колбе вместимостью 50 см^3 и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 вводят пипеткой 2,5 см^3 спиртовой щелочи, доводят до метки разбавленным раствором антиоксиданта и перемешивают (щелочной раствор).

В другую колбу вводят пипеткой 2,5 см^3 спирта и доливают до метки тем же раствором агидола-2 (нейтральный раствор).

Щелочной раствор наливают в прямоугольную рабочую кювету с толщиной поглощающего слоя 10 мм, а в кювету сравнения наливают нейтральный раствор. Измеряют разность оптических плотностей этих растворов при 309 и 350 нм. Определения проводят со всеми растворами агидола-2.

Для каждого раствора вычисляют коэффициент пропорциональности (K) между количеством агидола-2 в исходном растворе и разностью оптических плотностей по формуле

$$K = \frac{m}{E_{309} - E_{350}},$$

где m — масса навески агидола-2, взятая для приготовления исходного раствора, г;

E_{309} и E_{350} — разность оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов при 309 и 350 нм.

За результат испытания принимают среднее арифметическое ($K_{ср}$) пяти полученных значений K, рассчитанных с точностью до четвертого десятичного знака, расхождение между наибольшим и наименьшим из которых не превышает 0,0090.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

2,00 г мелко нарезанного каучука, взятого от объединенной пробы, приготовленной по п. 4.3 ГОСТ 27109—86, взвешенного на весах 4-го класса, помещают в колбу для экстрагирования, наливают 30 см^3 спирта и кипятят на водяной бане в течение 30 мин.

Экстрагирование повторяют еще два раза, сливая все три экстракта в мерную колбу вместимостью 100 см^3, после охлаждения доводят объем до метки спиртом и перемешивают.

Экстракт разбавляют в 10 раз, для чего 5 см^{3}экстракта доводят до метки спиртом в мерной колбе вместимостью 50 см^3 и перемешивают. Приготовляют щелочной и нейтральный растворы, как это описано при калибровании (п. 2.3), заменяя раствор агидола-2 экстрактом, в тех же условиях (D = 10 мм, E = 309 и E = 350 нм) измеряют разности оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов, проводят два параллельных определения.

Разд. 3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю антиоксиданта агидол-2 в каучуке (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = (E_{309} - E_{350}) \frac{K_{ср} \cdot 100}{2{,}00}.$$

Результат округляют до второго десятичного знака.

Достоверным результатом испытания (с доверительной вероятностью 0,95) считают среднее арифметическое двух определений, полученных в условиях сходимости метода, расхождение между которыми не превышает 0,05 % (мас).

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

Разд. 4. (Измененная редакция, Изм. № 3).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 22.06.2000. Подписано в печать 22.08.2000. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,35.
Тираж 102 экз. С 5677. Зак. 741.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru