

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ГОСТ 19920.1-74—ГОСТ 19920.20-74

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским институтом синтетического каучука им. С. В. Лебедева (ВНИИСК)

И. о. зам. директора по научной работе **Кормер В. А.**
Руководители темы: **Кроль В. А., Исакова Н. А., Рейх В. Н., Риськин Р. П.**
Исполнители: **Динер Е. З., Храмченко Н. И., Миронова Н. М., Новикова Г. Е.**

ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Зам. министра **Парфенов М. П.**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **Гличев А. В.**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 июля 1974 г. № 1689

УДК 678.762.2.001.4(083.74) Группа Л69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ

Метод определения содержания неозона Д и 2,6-дитретичнобутилфенола

Stereoregular butadiene synthetic rubbers. The method for the determination of the content of neozone D and 2,6-di-tert-butylphenol

ГОСТ 19920.11—74

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

с 01.01. 1975 г.
до 01.01. 1980 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на бутадиеновые стереорегулярные синтетические каучуки и устанавливает метод определения содржания неозона Д и 2,6-дитретичнобутилфенола (2,6-ДТБФ) в них.

Сущность метода заключается в экстрагировании антиоксидантов из каучука ацетоном с последующим определением в экстракте неозона Д колориметрически по реакции с диазотированным *п*-нитроанилином и с 2,6-дитретичнобутилфенолом — хроматографически.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения содержания неозона Д и 2,6-дитретичнобутилфенола применяют:

хроматограф с пламенно-ионизационным детектором;

колонку длиной 1 м, диаметром 3 мм, заполненную 10% по массе апиезона М или L на целите 545 (80—100 меш.).

(Применение ИНЗ—600 или ТНД-ТС-М в качестве твердых носителей не рекомендуется из-за значительной адсорбции антиоксидантов на них);

установку для экстрагирования, состоящую из обратного холодильника, колбы вместимостью 50 мл (все соединения должны быть на шлифах) и водяной бани;

фотоэлектроколориметры типа ФЭКМ-56 или ФЭКМ-57;

микрошприц вместимостью 10 мкл, типа «Шэндон» или Дзержинского филиала ОКБА;

лупу измерительную, с ценой деления 0,1 мм;
ацетон по ГОСТ 2603—71;
спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;
гептан нормальный по ГОСТ 4375—48;
2,6-дитретичнобутилфенол очищенный;
натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—66, 0,1%-ный раствор;
п-нитроанилин, реактив;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—67, концентрированную;
неозон Д по ГОСТ 39—66, очищенный.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Приготовление 0,2%-ного раствора солянокислого *п*-нитроанилина по ГОСТ 19920.8—74.

2.2. Приготовление раствора хлористого *п*-нитробензолдиазония по ГОСТ 19920.8—74.

2.3. Приготовление очищенного неозона Д по ГОСТ 19920.8—74.

2.4. Приготовление очищенного 2,6-дитретичнобутилфенола.

В конической колбе вместимостью 50 мл готовят около 10 мл насыщенного спиртового раствора 2,6-дитретичнобутилфенола. Раствор помещают в чашку Петри для испарения спирта. После выпадения кристаллов маточный раствор сливают. Операцию повторяют дважды. Из выпавших кристаллов готовят насыщенный раствор 2,6-дитретичнобутилфенола в приблизительно 10 мл гептана. Раствор снова помещают в чашку Петри для испарения гептана. Полученные кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера с помощью водоструйного насоса и высушивают на воронке в течение 15—20 мин.

Для контроля чистоты 2,6-ДТБФ определяют его температуру плавления, которая должна быть 35,5±2°С.

2.5. Приготовление контрольного раствора неозона Д по ГОСТ 19920.8—74.

2.6. Построение градуировочного графика для определения содержания неозона Д по ГОСТ 19920.8—74.

2.7. Режим работы хроматографа

Температура колонки, °С	150
Температура испарителя, °С	230
последнюю необходимо поддерживать строго постоянной	
Расходы газов: азота	50 делений по образцовому манометру (или 100 мл/мин при 22±2°С на выходе хроматографической колонки)
водорода, мл/мин	40—50

воздуха, мл/мин 300
Входное сопротивление усилителя . . . 10^8 см, масштаб чувствительности 10.
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч . . 360
Величина пробы на анализ, мкл 1

2.8. Построение градуировочного графика для определения содержания 2,6-дитретичнобутилфенола

Количественный анализ осуществляют методом абсолютной градуировки. Градуировочный график строят по результатам анализа искусственных смесей, составленных из ацетона и 2,6-дитретичнобутилфенола (последний в пределах концентрации 0,01—0,001% по массе). Смесь готовят методом разбавления по массе. Взвешивание производят с погрешностью не более 0,0002 г. Затем смесь в количестве 1 мкл вводят микрошприцем в хроматографическую колонку и снимают не менее трех хроматограмм .На последних замеряют площади пиков 2,6-дитретичнобутилфенола как произведение высоты пика на его полуширину — ширину на середине высоты.

Градуировочный график строят в координатах: площадь пика— $мм^2$, проценты — по массе антиоксиданта.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Приготовление ацетонового экстракта

Около 1 г мелконарезанного каучука, взятого от средней пробы и взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу вместимостью 50 мл со шлифом, приливают 20 мл ацетона, присоединяют к обратному холодильнику и помещают на 30 мин в кипящую водяную баню. Затем экстракт сливают в медную колбу вместимостью 50 мл и повторяют экстрагирование той же навески каучука еще в течение 30 мин в новой порции (20 мл) ацетона. Повторный экстракт сливают в ту же мерную колбу. Небольшим количеством ацетона споласкивают содержимое колбы с каучуком, ацетон сливают в мерную колбу. По достижении комнатной температуры уровень в колбе доводят до метки ацетоном и тщательно перемешивают.

3.2. Определение содержания антиоксиданта 2,6-дитретичнобутилфенола

1 мкл экстракта вводят в хроматографическую колонку. Снимают не менее 2—3 хроматограмм, на которых замеряют площади пиков 2,6-дитретичнобутилфенола.

3.3. Определение содержания неозона Д

В мерную колбу вместимостью 50 мл вливают 1 мл экстракта, полученного по п. 3.1, и 20 мл этилового спирта, далее испытание проводят по ГОСТ 19920.9—74.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. По градуировочному графику находят содержание 2,6-дитретичнобутилфенола в экстракте в процентах.

Содержание 2,6-дитретичнобутилфенола в каучуке (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 39{,}6}{m},$$

где C — содержание 2,6-дитретичнобутилфенола, найденное по градуировочному графику, % по массе;

39,6 — масса 50 мл ацетона, г;

m — масса навески каучука, г.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,05 абс. %.

Чувствительность метода 0,02 абс.%.

4.2. Содержание неозона Д (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot 50 \cdot 100}{m},$$

где C — количество неозона Д, соответствующее показанию прибора, г;

m — масса навески каучука, г;

50 — разбавление.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,05 абс.%.

Чувствительность метода 0,05 абс.%.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 19920. 1—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Отбор проб	1
ГОСТ 19920. 2—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения микроструктуры	3
ГОСТ 19920. 3—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения растворимости	7
ГОСТ 19920. 4—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения характеристической вязкости	9
ГОСТ 19920. 5—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения содержания меди и железа	13
ГОСТ 19920. 6—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения величины спиртотолуольного экстракта	18
ГОСТ 19920. 7—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения наличия включений нерастворимого полимера	20
ГОСТ 19920. 8—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения содержания неозона Д в сажемасло- и маслонаполненных каучуках	21
ГОСТ 19920.9—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения содержания неозона Д и дифенилпарафенилендиамина	24
ГОСТ 19920.10—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения содержания неозона Д и продукта 4010 NA	29
ГОСТ 19920.11—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения содержания неозона Д и 2,6-дитретичнобутилфенола	32
ГОСТ 19920.12—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения содержания антиоксиданта 2246	36
ГОСТ 19920.13—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения содержания наполнителей — сажи и масла МИНХ-1	39
ГОСТ 19920.14—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения температуры стеклования	42
ГОСТ 19920.15—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения способности к кристаллизации	44
ГОСТ 19920.16—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения вязкости по Муни	51
ГОСТ 19920.17—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения пластичности и жесткости	53
ГОСТ 19920.18—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения хладотекучести	55
ГОСТ 19920.19—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Методы определения вальцуемости, вязкости по Муни и способности к преждевременной вулканизации резиновых смесей	57
ГОСТ 19920.20—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Методы испытаний вулканизатов	62

Редактор *А. С. Пшеничная*

Технический редактор *А. М. Шкодина*

Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в набор 06. 08. 74 Подп. в печ. 20. 09. 74 4,0 п. л. Бум. тип. № 1 Тир. 10000

Издательство стандартов. Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1459

gost.e-ecolog.ru