

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 дифенилпарафенилендиамина

Stereoregular butadiene synthetic rubbers. The method for the determination of the content of neozone D and diphenyl-p-phenylenediamine

ГОСТ 19920.9—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 содержания неозона Д и дифенилпарафенилендиамина (ДФФД) в них.

Сущность метода заключается в экстрагировании антиоксидантов из каучука спиртотолуольной смесью с последующим колориметрическим определением в экстракте:

антиоксиданта ДФФД по реакции с раствором уксуснокислой меди и неозона Д по реакции с диазотированным *п*-нитроанилином.

При расчете содержания неозона Д учитывается поправка на содержание ДФФД, который с диазотированным *п*-нитроанилином также образует окрашенное соединение.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения содержания неозона Д и дифенилпарафенилендиамина применяют:

фотоэлектроколориметр;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;

ацетон по ГОСТ 2603—71;

толуол по ГОСТ 5789—69;

бензол по ГОСТ 5955—68;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—67, концентрированную и 0,5 н раствор;

п-нитроанилин реактив;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—66, х. ч., 0,1%-ный раствор;
медь (II) уксуснокислую по ГОСТ 5852—70;
калий хлористый по ГОСТ 4234—69;
неозон Д по ГОСТ 39—66, очищенный;
дифенилпарафенилендиамин (ДФФД), очищенный;
воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

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 окисляющего реактива

0,50 г окисной уксуснокислой меди, 4,66 г хлористого калия, 10 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты и 250 мл воды помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл и медленно доливают до метки спиртом небольшими порциями при сильном перемешивании.

Полученный раствор должен быть прозрачным.

2.4. Приготовление спиртотолуольной смеси

Смешивают 70 объемов спирта с 30 объемами толуола.

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

2.6. Приготовление очищенного ДФФД

5 г ДФФД помещают в колбу с воздушным холодильником и растворяют в 30 мл бензола при нагревании на горячей водяной бане. Полученный горячий раствор фильтруют под вакуумом через воронку Бюхнера в склянку Бунзена. Из склянки Бунзена бензольный раствор ДФФД переводят в стакан, помещенный в холодную воду. После выпадения осадка содержимое стакана переводят опять в воронку Бюхнера, стакан и осадок промывают три-четыре раза этиловым спиртом порциями по 15 мл. Осадок ДФФД сушат на фильтровальной бумаге на воздухе.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Приготовление спиртотолуольного экстракта

1 г мелко нарезанного каучука, взятого из средней пробы и взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в круглодонную колбу, наливают в нее 30 мл спиртотолуольной смеси, присоединяют колбу к обратному холодильнику, нагревают на песчаной бане до кипения и кипятят 30 мин. Затем колбу охлаждают, отделяют от холодильника и экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 100 мл. В колбу для экстрагирования вновь

наливают 30 мл спиртотолуольной смеси и экстратирование повторяют еще два раза, сливая каждый раз экстракт в ту же мерную колбу. Продолжительность каждого экстрагирования должна составлять 30 мин. Затем каучук дважды обмывают спиртотолуольной смесью порциями по 5 мл и сливают ее в ту же мерную колбу, доводят таким образом объем раствора в колбе до метки. Полученный раствор хорошо перемешивают.

3.2. Определение содержания антиоксиданта ДФФД

1 мл спиртотолуольного экстракта помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, доливают до метки окисляющим реактивом и колориметрируют в кювете с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 30 мм с синим светофильтром. В кюветы сравнения наливают дистиллированную воду. Если окраска раствора для колориметрирования окажется очень слабой, на определение берут 2 мл спиртотолуольного экстракта.

3.3. Определение содержания неозона Д

В мерную колбу вместимостью 50 мл вливают 1 мл спиртотолуольного экстракта, 20 мл этилового спирта и 2 мл раствора хлористого *п*-нитробензолдиазония, колбе дают стоять 10 мин., а затем наливают в нее до метки этиловый спирт и после перемешивания полученный раствор колориметрируют на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя жидкости 30 мм с синим светофильтром (показание прибора a_2). В кюветы сравнения помещают дистиллированную воду.

3.4. Построение градуировочных графиков

Готовят контрольные растворы неозона Д в этиловом спирте и ДФФД в ацетоне растворением 0,025 г каждого очищенного продукта взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г. в 250 мл растворителя в мерной колбе вместимостью 250 мл. Полученные растворы содержат 0,0001 г вещества в 1 мл.

3.4.1. Построение градуировочных графиков для реакции взаимодействия с диазотированным *п*-нитроанилином

В мерные колбы вместимостью 50 мл вводят 0,5; 1,0; 1,5 мл и т. д. контрольного раствора неозона Д, 20 мл этилового спирта и 2 мл раствора хлористого *п*-нитробензолдиазония. Колбы оставляют стоять на 10 мин, а затем в них наливают до метки этиловый спирт. После перемешивания полученные растворы колориметрируют на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 30 мм и синим светофильтром. В кюветы сравнения помещают дистиллированную воду. Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание неозона Д в граммах, на оси ординат — показания прибора (график 1).

Аналогичным образом получают градуировочный график для антиоксиданта ДФФД (график 2).

3.4.2. Построение градуировочного графика для реакции с окисляющим реактивом

В мерные колбы вместимостью 25 мл вливают 0,5; 1,0; 1,5 мл и т. д. контрольного раствора ДФФД и доливают до метки окисляющим реактивом. Затем содержимое колбы колориметрируют на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 30 мм и синим светофильтром. В кюветы сравнения помещают дистиллированную воду. Градуировочный график строят, откладывая на оси абсцисс содержание ДФФД в граммах, на оси ординат — показания прибора (график 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание антиоксиданта ДФФД (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{m},$$

где a — количество антиоксиданта ДФФД, соответствующее показанию прибора, г;

100 — разбавление пробы;

m — масса навески каучука, г.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,04 абс.%.

Чувствительность метода 0,04 абс.%.

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

$$X_1 = \frac{\delta \cdot 100 \cdot 100}{m},$$

где δ - количество неозона Д, соответствующее показанию прибора (a_3) по графику 1, г. Показание прибора (a_3) вычисляют по разности между показанием прибора при колориметрировании пробы (a_2) и показанием прибора (a_1), соответствующим найденной концентрации антиоксидата ДФФД по графику 2.

Если применяемый для анализа этиловый спирт дает окраску с хлористым *п*-нитробензолдиазонием, то при работе по пп. 3.3 и 3.4.1 в кюветы сравнения следует наливать раствор контрольного опыта, проведенного с реактивами в условиях испытания.

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

Чувствительность метода 0,05 абс.%.

4.3. **Пример расчета**

При колориметрировании экстракта пробы после проведения реакции с раствором ацетата меди было получено показание прибора 0,064, что по графику 3 соответствует содержанию антиоксиданта ДФФД 0,40%. При колориметрировании экстракта пробы после проведения реакции с диазотированным *п*-нитроанилином было получено показание прибора a_2, равное 0,208, 0,40 % антиоксиданта ДФФД по графику 2 соответствует показанию прибора 0,085 (a_1).

Таким образом, содержание неозона Д соответствует разнице показаний:

$$a_3 = a_2 - a_1 = 0{,}208 - 0{,}085 = 0{,}123.$$

По графику 1 этому показанию соответствует содержание неозона Д, равное 0,00005 г, или в пересчете на навеску каучука — 0,50% по массе.

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