Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ БУТАДИЕНСТИРОЛЬНЫЕ И БУТАДИЕН-АЛЬФА-МЕТИЛСТИРОЛЬНЫЙ	ГОСТ 6074—57 Взамен ГОСТ 6074—51 Группа Л61

Настоящий стандарт распространяется на бутидиенстирольные и бутадиен-альфа-метилстирольный каучуки марок СКС-30А, СКС-30 и СКМС-30, являющиеся продуктами полимеризации технического бутадиена со стиролом или бутадиена с альфа-метилстиролом.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1. Синтетические каучуки должны соответствовать показателям, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименования показателей	Нормы для марок каучука	
	СКС-30А	СКС-30 и СКМС-30
Твердость непластицированного каучука в *г*, в пределах	2200—3700	2500—4000
Твердость каучука после термопластикации в *г*, в пределах:		
Группа I	300—600	400—800
Группа II	601—900	801—1100
Предел прочности при разрыве в *кгс/см²*, не менее	250	230
	600	500
Относительное удлинение в %, не менее	34	26
Остаточное удлинение в %, не более	33	36
Эластичность по отскоку в %, не менее	0,8	0,5
Содержание золы без талька в %, не более	2,3	2,0
Содержание золы с тальком в %, не более		

Внесен Министерством химической промышленности	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 3/XII 1957 г.	Срок введения 1/IV 1958 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Продолжение

Наименования показателей	Нормы для марок каучука	
	СКС-30А	СКС-30 и СКМС-30
Содержание свободных жирных кислот в %, в пределах	0,6—1,3	0,4—1,0
Содержание железа в %, в пределах	0,010—0,020	0,010—0,020
Содержание неозона «Д» в %, в пределах	2,3—3,0	2,3—3,0
Потери в весе при температуре 105° С в %, не более	1,0	1,0

Примечания:

1. Определение солей железа в каучуке и золы без талька производится на заводе-поставщике.
2. По требованию потребителей взамен неозона «Д» допускается заправка каучука другими противостарителями.

2. Каучук поставляют в виде ленты толщиной от 2,0 до 3,0 *мм*, намотанной в рулоны не более чем из трех кусков. Рулоны каучука, пропудренные тальком, должны свободно разматываться.

3. Каучук не должен содержать посторонних примесей.

4. Расхождение по величине твердости термопластицированного каучука между рулонами одной партии (однородность по термопластицируемости) должно быть не более 300 *г*.

5. Каучук сдают партиями. Вес одной партии каучука должен быть: для каучука марок СКС-30А и СКМС-30—не менее 25 *т*, для каучука марки СКС-30 — не менее 50 *т*.

6. Заводам-поставщикам предоставляется право гарантировать нормы по количеству золы, неозона «Д» и потери в весе с указанием в паспортах результатов испытаний отдельных контролируемых партий каучуков.

II. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

7. Для проведения химических испытаний и определения физико-механических показателей каучука на соответствие требованиям табл. 1, от любого рулона партии каучука отбирают пробу в количестве 3 *кг*.

8. Для определения однородности каучука по термопластицируемости в соответствии с п. 4 настоящего стандарта отбирают от 5% количества рулонов партии пробу каучука в количестве 300 *г* от каждого рулона. Отобранную от каждого рулона пробу испытывают отдельно.

Примечание. Отобранные пробы каучука в соответствии с пп. 7 и 8 настоящего стандарта до окончания испытаний хранят при температуре не выше 40° С в месте, защищенном от действия атмосферных осадков и прямого солнечного света.

9. Твердость партии каучука после термопластикации подсчитывается как среднее арифметическое из показателей твердости проб, отобранных из рулонов в соответствии с п. 8 настоящего стандарта.

10. Для арбитражного анализа пробы отбирают в соответствии с пп. 7 и 8 настоящего стандарта на заводе-потребителе в присутствии представителя поставщика или арбитражной организации. Пробы опечатывают и передают на анализ, который производят не позднее одного месяца со дня поступления партии каучука на завод-потребитель. Лабораторию для производства арбитражного анализа устанавливают по соглашению сторон.

11. Для определения твердости пластицированного каучука, предела прочности, относительного и остаточного удлинений и однородности партии каучук подвергают термоокислительной пластикации, которая заключается в нагревании пробы каучука в стандартном аппарате-котле при заданных условиях.

А. Описание котла (см. чертеж)

Для проведения термоокислительной пластикации служит хорошо изолированный, горизонтальный цилиндрический котел *1* со сферическими днищем и крышкой.

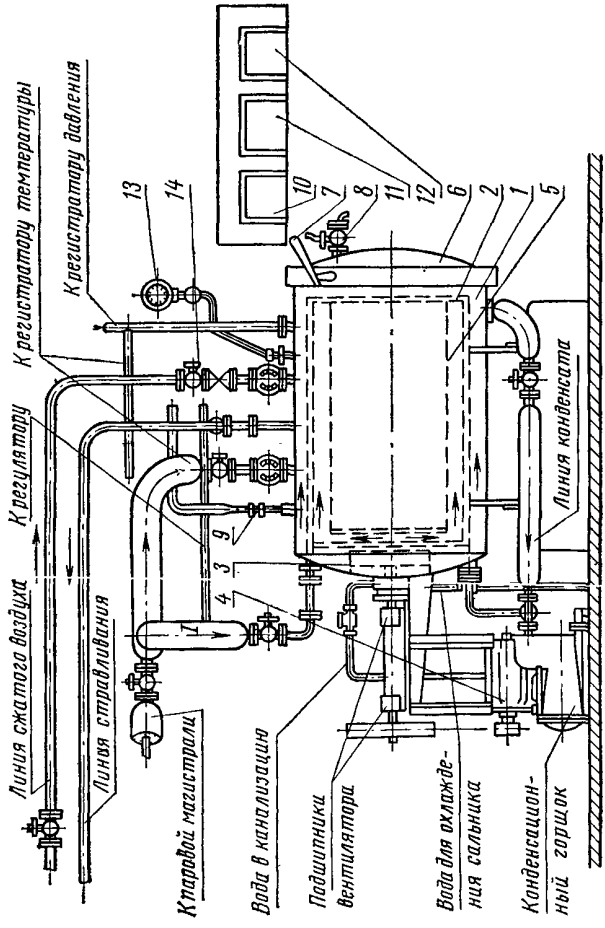
Внутри котла, вдоль его стен, расположена система трубопроводов *2*, соединенная с паровой линией, служащая для обогрева воздуха в котле.

Для создания равномерной температуры воздуха в котле, у днища установлен вентилятор *3*, вал которого проходит сквозь днище и приводится во вращательное движение электромотором *4*.

Для направления потока горячего воздуха в котел вставлен цилиндр *5* с сетчатым дном. С передней стороны котел закрывается крышкой *6* со штыковым затвором. Кроме того, крышка закрывается стержневым замком, приводимым в действие рычагом *7*. Этот рычаг связан также с вентилем дополнительной линии стравливания. Открывая крышку котла, рычаг *7* одновременно открывает вентиль дополнительной линии стравливания. Дополнительная линия стравливания служит для удаления избытка воздуха в котле, если последний по каким-либо причинам не удален через основную линию стравливания. Поворот крышки котла производится с помощью специального зубчатого ключа, опорой которого служит металлический стержень, вставляемый в проушины крышки котла. Кран *8* в крышке котла служит для проверки наличия избыточного давления в котле.

На поверхности котла имеются фланцевые штуцеры для приключения контрольно-измерительных приборов и трубопроводов.

К котлу подведены паропровод и воздушная линия. Паропровод, служащий для обогрева котла, делится на две линии. По первой линии пар подается в систему трубопроводов, по второй — непосредственно в котел.


Линия сжатого воздуха
К регулятору
К регистратору температуры
К регистратору давления
Линия отравливания
Паровой магистрали
Вода в канализацию
Подшипники вентилятора
Вода для охлаждения сальника
Конденсационный горшок
Линия конденсата
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14

Воздушная линия служит для подачи воздуха в котел. От котла отведены две соединяющиеся конденсационные линии с конденсационным горшком и две линии стравливания избыточного давления (основная и дополнительная).

Постоянство температуры воздуха в котле достигается при помощи терморегулятора *10* с термометром сопротивления *9* или ручной регулировкой. Регистрация температуры осуществляется логометром *11* с термометром сопротивления.

Давление воздуха в котле регулируется вентилем *14* по показанию манометра *13* и регистрируется самописцем *12*.

Б. Подготовка проб и условия проведения термоокислительной пластикации для определения способности к пластикации и однородности партии каучука по этому показателю

От проб каучука, отобранных в соответствии с п. 8 настоящего стандарта, вырезают по одной пластине размером 300×400 *мм*, весом около 150 *г* и подвергают их термоокислительной пластикации. Отобранные образцы ленты развешивают на Т-образные стойки или прямоугольники из крупной сетки (размером 200×250 *мм*), которые устанавливают в котле параллельно его оси.

Термоокислительную пластикацию проводят в течение 50 *мин* при температуре 130±11°С и давлении воздуха в котле 3±0,1 *кгс/см*^{2}.

В. Подготовка проб и условия проведения термоокислительной пластикации для определения физико-механических показателей каучука

От проб каучука, отобранных в соответствии с п. 7 настоящего стандарта, вырезают пластины размером 300×400 *мм*, общим весом около 300 *г* и подвергают их термоокислительной пластикации при температуре 130±1° С и давлении воздуха в котле 3±0,1 *кгс/см*^{2}. Время, необходимое для пластикации, подбирают с таким расчетом, чтобы твердость каучука после пластикации была 1000±100 *г*.

Г. Проведение термоокислительной пластикации

Перед проведением пластикации устанавливают терморегулятор *10* на требуемую температуру, затем закрывают крышку котла и пускают пар в систему трубопроводов котла. Для ускорения обогрева котла стравливают конденсат из паропровода. После этого открывают вентиль *14* для подачи сжатого воздуха.

Когда температура воздуха в котле достигнет приблизительно 110° С, включают мотор вентилятора и открывают вентиль, подающий воду для охлаждения сальника вентилятора.

Когда же температура воздуха в котле достигнет 130° С, пластины каучука, помещенные на Т-образные стойки или прямоугольники из сетки, вдвигают в котел, в котором выдерживают в течение 50 *мин*.

После термопластикации пластины каучука выдерживают при температуре 20±5° С в течение:

а) для определения твердости—не менее 30 *мин*;

б) для определения физико-механических показателей — не менее 4 *час.*

12. Определение твердости

А. Подготовка пробы каучука

Пробу каучука готовят путем ее прессования.

Для прессования пробу непластицированного или пластицированного каучука весом примерно 150 *г* пропускают трижды через лабораторные вальцы размером 320×160 *мм* с фрикцией 1 : 1,27 или 1 : 1,24 при температуре валков не выше 40° С. Зазор между валками вальцев устанавливают таким образом, чтобы толщина шкурки каучука, замеренная непосредственно после обработки на вальцах, была 0,5—0,75 *мм.*

Из каучука после его охлаждения вырезают штанцевым ножом отдельные пластинки диаметром 58 *мм.* Вырезанные пластинки каучука, собранные в стопку, помещают в формовочные толстостенные металлические кольца высотой 14 *мм* и диаметром 60 *мм.* При этом необходимо следить за тем, чтобы пластинки каучука не содержали складок, в которых может остаться воздух. Вес заготовки должен быть на 15—20% выше теоретического веса каучука в объеме формовочного кольца.

Формовочные кольца вместе с вырезанными пластинками каучука помещают на металлический лист и накрывают таким же металлическим листом.

Предварительно оба листа следует хорошо пропудрить тальком или проложить листами целлофана. Допускается смазка листов мыльным раствором.

Формовочные кольца с каучуком, накрытые листами, помещают на плиты вулканизационного пресса, нагретые до температуры 105±1° С, и приступают к прессованию.

При прессовании поднятие плит вулканизационного пресса следует производить медленно, чтобы удалить находящийся между пластинками каучука воздух.

Прессование проводят в течение 15 *мин* при удельном давлении на каучук 150±10 *кгс/см*^{2}. По окончании прессования каучук в виде шайбы вынимают из формовочных колец, выдерживают в течение одного часа при температуре 20±5° С, после чего передают на испытание.

Б. Образцы для испытания — по ГОСТ 10201—62.

В. Выражение результатов испытания — по ГОСТ 10201—62.

Г. Основные характеристики прибора — по ГОСТ 10201—62.

Д. Проведение испытания — по ГОСТ 10201—62.

13. Определение предела прочности при разрыве, относительного и остаточного удлинений.

А. Приготовление резиновой смеси и ее вулканизация

Из полученного в соответствии с п. 11 настоящего стандарта пластиката твердостью 1000±100 *г* готовят стандартную смесь, состав которой приведен в табл. 3*.

Таблица 3

Наименование ингредиентов	Количество ингредиентов в г
Каучук	100,0
Рубракс (ГОСТ 781—51**), марка А	5,0
Стеарин технический (ГОСТ 6484—64), сорт I	2,0
Белила цинковые сухие (ГОСТ 202—62), марка М-1	5,0
Альтакс (ГОСТ 7087—54)	0,6
Дифенилгуанидин (ГОСТ 40—40), сорт I	0,75
Сажа (ГОСТ 7885—63), марки ДГ-100	50,0
Сера элементарная (ГОСТ 127—64), сорт I	2,0
	165,35

Для приготовления указанной смеси берут навеску каучука в 200 *г*.

Смешение каучука с ингредиентами производят на лабораторных вальцах указанных выше размеров при температуре валков 30—40° С по следующему режиму (табл. 4):

Таблица 4

Перечень ингредиентов и операций обработки	Время начала смешения ингредиентов с момента подачи каучука на вальцы в мин	Время обработки в мин
Каучук	0	6
Рубракс	6	4
Стеарин	10	2
Белила цинковые	12	2
Ускорители	14	4
Сажа 1/4 часть	18	2
Подрезать не менее 5 раз	20	1
Сажа 1/4 часть	21	2
Подрезать не менее 5 раз	23	1

* Таблица 2 исключена.

** С 1/VII 1969 г. вводится в действие ГОСТ 781—68.

Продолжение

Перечень ингредиентов и операций обработки	Время начала смешения ингредиентов с момента подачи каучука на вальцы в мин	Время обработки в мин
Сажа 1/4 часть	24	2
Подрезать не менее 5 раз	26	1
Сажа 1/4 часть	27	2
Подрезать не менее 5 раз	29	1
Сажа с противня	30	1
Сера	31	4
Пропустить «куклой» 5 раз на тонком зазоре и перемешать на тонком зазоре	35	4
Снять с вальцов на 40-й минуте		

Примечание. После введения каждого ингредиента производится тщательное перемешивание с обязательным подрезанием смеси на вальцах.

Полученную смесь перед вулканизацией выдерживают не менее 4 *ч.*

Смесь разрезают на пластины, которые помещают в нагретые до температуры 143° С четырехместные (размером 320 × 320 *мм*) вулканизационные формы с ячейками глубиной 1,8—2,0 *мм.* Смесь укладывают в формы так, чтобы направление выхода ее с вальцов определялось цифрой, указанной в каждой ячейке формы. Формы закрывают крышкой и помещают в пресс, предварительно нагретый до температуры 143° С.

Вулканизацию проводят в этажных вулканизационных прессах с плитами размером 600 × 600 *мм,* мощностью 100 *т,* при температуре 143±1° С и гидравлическом давлении 100±5 *кгс/см*^{2}, помещая по одной форме на середину плиты пресса. Продолжительность вулканизации смеси:

из каучука СКС-30А . . . . . 100 и 110 *мин*
из каучука СКС-30 и СКМС-30 . . . . . 80, 100 и 120 *мин.*

После вулканизации пластины вынимают из формы, тщательно осматривают и охлаждают в проточной холодной воде в течение 15 *мин* или на воздухе в течение 30 *мин,* после чего передают на испытание. Перед испытанием с пластин, охлаждаемых водой, должна быть удалена влага.

Б. Испытание вулканизованной смеси на определение предела прочности при разрыве, относительного и остаточного удлинений производят по ГОСТ 269—66 и ГОСТ 270—64.

Примечание. В случае отрицательных результатов испытание повторяют на другом образце пробы каучука.

14. Определение эластичности производят по ГОСТ 6950—54, при этом:

а) образцы для испытания вулканизуют в формах при температуре 143±1° С в оптимальное время для данной партии каучука из резиновой смеси, приготовленной в соответствии с п. 13А настоящего стандарта;

б) испытание на эластометре производят при температуре 20±5° С.

15. Определение содержания золы. Около 2 *г* мелконарезанного каучука, взятого от пробы в соответствии с п. 7 настоящего стандарта, помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянного веса, и взвешивают с точностью до 0,0002 *г*. Для сжигания (коксования) каучука тигель с отвешенной пробой закрывают крышкой и помещают в нагретую до температуры 700° С муфельную (или тигельную) печь, в более холодную зону ее, чтобы избежать слишком быстрого воспламенения каучука и связанных с этим потерь.

«Коксование» каучука считают законченным после того, как прекратится выделение паров органических веществ. Затем крышку с тигля снимают и тигель с остатком после коксования передвигают в более нагретую зону муфельной печи для прокаливания, т. е. до полного выгорания образовавшихся при коксовании частиц угля. Последнее узнается по исчезновению черных точек в золе. Зола должна иметь белый или серый, или слегка желтоватый цвет.

По окончании прокаливания тигель вынимают из печи и по охлаждении в эксикаторе взвешивают.

Содержание золы в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(G - G_1) \cdot 100}{G_2},$$

где:

G — вес тигля с золой в *г*;

G_1 — вес пустого тигля в *г*;

G_2 — навеска каучука в *г*.

Производят два параллельных определения, расхождение между которыми не должно превышать 0,1% абс.

16. Определение потери в весе

А. Определение потери в весе при сушке под инфракрасной лампой

Измельчают и взвешивают около 1 *г* каучука с точностью до 0,0002 *г*. Бюкс с навеской каучука помещают под инфракрасную лампу. Расстояние между куполом лампы и бюксом должно быть таким, чтобы температура на уровне последнего равнялась 100° С. По истечении 3—5 *мин* сушки бюкс с каучуком охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают. Потери в весе в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(G - G_1) \cdot 100}{G},$$

где:

G — вес каучука до сушки в *г;*

G_1 — вес каучука после сушки в *г.*

Производят два параллельных определения, расхождение между которыми не должно превышать 0,1% абс.

Б. Определение потери в весе сушкой в термостате (арбитражный метод)

Навеску в 1 *г* мелкоизмельченного каучука помещают в бюксе в термостат, предварительно нагретый до 105° С и сушат до постоянного веса. Потери в весе в процентах вычисляют по формуле, приведенной в методе п. 16А.

Производят два параллельных определения, расхождение между которыми не должно превышать 0,1% абс.

17. Определение содержания неозона «Д»

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Паранитроанилин.

Натр едкий по ГОСТ 4328—66, 2,5-процентный раствор.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4197—66, «ч. д. а».

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, уд. в. 1,1885.

Неозон «Д».

б) *Описание определения*

Определение содержания неозона «Д» основано на извлечении его из навески каучука этиловым спиртом и колориметрировании окрашенного соединения, полученного сочетанием неозона «Д» с хлористым паранитробензолдиазонием на фотоэлектроколориметре ФЭК-М.

Отвешивают навеску в 0,1 *г* каучука, взятого от пробы в соответствии с п. 7 настоящего стандарта, и помещают в круглодонную колбу, куда наливают 15 *мл* спирта. К колбе присоединяют обратно поставленный воздушный холодильник и содержимое ее кипятят на водяной бане в течение 15 *мин.*

По истечении указанного времени экстракт сливают в мерную колбу емкостью 100 *мл,* и экстрагирование подобным образом повторяют еще два раза. Все три экстракта сливают вместе в ту же мерную колбу. Содержимое мерной колбы доливают спиртом до метки и, закрыв колбу пробкой, хорошо перемешивают.

10 *мл* полученного раствора, взятых с помощью пипетки, переносят в мерную колбу емкостью 50 *мл,* добавляют туда 30 *мл* спирта и 2 *мл* 0,1-процентного раствора хлористого паранитробензолдиазония, который получают предварительно путем смешивания равных объемов 0,2-процентного раствора хлоргидрата паранитроанилина и 0,1-процентного раствора нитрита натрия.

Содержимое колбы тщательно перемешивают и оставляют стоять 10 *мин,* после чего добавляют до метки спиртом. Закрыв колбу пробкой, перемешивают содержимое ее и окрашенный в малиновый цвет спиртовой раствор азосоединения колориметрируют на фотоэлектроколориметре ФЭК-М, используя кюветки с толщиной слоя 30 *мм* и синий светофильтр.

Для работы с электроколориметром необходимо предварительно составлять градуировочную кривую, которая специфична для данного прибора.

Составление градуировочной кривой

0,1 *г* очищенного неозона «Д» растворяют в 100 *мл* этилового спирта, отбирают пипеткой 10 *мл* полученного раствора и разбавляют в мерной колбе до 100 *мл* этиловым спиртом (раствор *А*).

В мерные колбы емкостью 100 *мл* вливают из микробюретки 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 *мл* раствора *А*. Колбы доливают до метки спиртом, закрывают пробками и хорошо перемешивают. 10 *мл* каждого полученного раствора, взятых с помощью пипетки, переносят в мерные колбы емкостью 50 *мл,* добавляют туда 30 *мл* спирта и 2 *мл* 0,1-процентного раствора хлористого паранитробензолдиазония.

Содержимое каждой колбы тщательно перемешивают и оставляют стоять 10 *мин,* после чего доливают до метки спиртом и, закрыв пробкой, перемешивают. Окрашенные растворы вливают в кюветы колориметра и измеряют их оптическую плотность. Измерив оптическую плотность всех растворов, откладывают на оси абсцисс известные концентрации неозона «Д» (выраженные в граммах неозона «Д» в 1 *мл* колориметрируемого раствора), а на оси ординат — соответствующую им оптическую плотность. Для каждой точки кривой производят 3—5 измерений оптической плотности и из этих результатов берут средние значения, которые наносят на кривую.

Кривую следует периодически проверять.

Содержание неозона «Д» в процентах (X_2) вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{a \cdot 50 \cdot 10 \cdot 100}{0{,}1},$$

где:

a — количество неозона «Д», найденное по градуировочной кривой, в *г*;

50 и 10 — разбавление;

0,1 — навеска каучука, взятая на анализ, в *г;*

Допускаемое расхождение между параллельными определениями 0,2%.

Раствор хлоргидрата паранитроанилина приготовляют следующим образом. Навеску в 2 *г* паранитроанилина, отвешенную с точностью до 0,01 *г,* помещают в стакан, куда прибавляют 100 *мл*

дистиллированной воды и 6 *мл* концентрированной соляной кислоты.

Содержимое стакана нагревают при постоянном помешивании до температуры 50—60° С и в горячем состоянии фильтруют в мерную колбу емкостью 1 *л*.

Полученный фильтрат разбавляют до 1 *л* и колбу закрывают пробкой. В таком виде полученный раствор может храниться продолжительное время.

В том случае, если для приготовления эталонного раствора при составлении градуировочной кривой применяют технический неозон «Д», его необходимо предварительно подвергнуть специальной обработке. Для этого берут 35—40 *г* неозона «Д», растворяют его в 300 *мл* 2,5-процентного раствора NaOH и нагревают при температуре 80° С. Затем жидкость фильтруют на воронке Бюхнера под разрежением, причем осадок на воронке промывают до нейтральной реакции.

Очищенный таким образом неозон «Д» дважды перекристаллизовывают из спирта и высушивают между листами фильтровальной бумаги.

Примечание. Помимо фотоэлектроколориметра допускается применение колориметра Дюбоска.

18. Определение свободной жирной кислоты

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Спирто-толуольная смесь, приготовленная смешением 70 объемных частей этилового спирта-ректификата и 30 частей чистого толуола.

Натр едкий по ГОСТ 4328—66, 0,1 н раствор или

Кали едкое по ГОСТ 4203—65, 0,1 н раствор.

Барий сернокислый по ГОСТ 3158—65.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор.

б) *Описание определения*

Определение свободной жирной кислоты основано на извлечении ее из каучука кипящей спирто-толуольной смесью и последующем титровании полученного раствора раствором едкой щелочи.

5 *г* мелконарезанного каучука, взвешенного с точностью до 0,01 *г*, помещают в круглодонную колбу емкостью 100 *мл*. Затем приливают 30 *мл* спирто-толуольной смеси, присоединяют к обратному воздушному холодильнику и содержимое колбы кипятят на водяной бане в течение 10 *мин*. Экстракт сливают (через воронку) в коническую колбу емкостью 200—250 *мл* и повторяют таким же образом экстрагирование еще два раза.

После этого колбу с каучуком промывают двумя порциями (по 10—15 *мл*) спирто-толуольной смеси, сливая жидкость в ту же колбу. По охлаждении экстракта добавляют к нему 8—10 капель раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н раствором щелочи до появления розового окрашивания. Если экстракт имеет темную ок-

раску, то перед титрованием к нему добавляют 2 *г* сернокислого бария (для создания белого фона).

Параллельно проводят контрольный опыт. Для этого титруют такой же объем спирто-толуольной смеси (110 *мл*) до появления розовой окраски.

Содержание свободной жирной кислоты в процентах (X_3) в пересчете на стеариновую кислоту вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}0284 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,1 н раствора щелочи, пошедший на титрование полученного экстракта, в *мл;*

V_1 — объем точно 0,1 н раствора щелочи, пошедший на титрование при проведении контрольного опыта, в *мл*;

0,0284 — количество стеариновой кислоты, соответствующее 1 *мл* точно 0,1 н раствора щелочи, в *г*;

G — навеска пробы каучука в *г*.

Производят два параллельных определения, расхождение между которыми не должно превышать 0,1% абс.

Примечание. Для экстрагирования можно применять спиртобензольную смесь (70 : 30), но при этом температура водяной бани не должна превышать 80—85° С во избежание возможных потерь растворителя через холодильник.

19. Определение содержания железа. Фотоколориметрическое определение содержания железа основано на том, что сульфосалициловая кислота в слабощелочной среде реагирует как с солями окиси, так и с солями закиси железа, образуя комплексное соединение трисалицилат железа желтого цвета. Интенсивность окраски раствора пропорциональна общему содержанию железа. Определение производят на фотоэлектроколориметре ФЭК-М.

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, «х. ч.», уд. в. 1,1885, разбавленная 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, «х. ч.», уд. в. 1,405.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—51, «ч. д. а.», 10%-ный раствор.

Натр едкий по ГОСТ 4328—66, 40%-ный раствор и 0,5 н раствор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60, 5%-ный раствор.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—48, «х. ч.».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Приготовление серии стандартных растворов и колориметрирование*

6,0397 *г* железоаммонийных квасцов растворяют в мерной колбе емкостью 1 *л* в 100 *мл* воды. К раствору приливают 10 *мл* соляной кислоты и доводят объем раствора водой до метки (раствор *А*).

1 *мл* раствора *А* содержит 1 *мг* Fe_2O_3. 50 *мл* раствора *А* разбавляют в мерной колбе до 1 *л* (раствор *Б*).

1 *мл* раствора *Б* содержит 0,05 *мг* Fe_2O_3. Из раствора *Б* берут 2; 6; 10; 14; 18; 22; 26; 30 *мл* (что соответствует 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3; 1,5 *мг* Fe_2O_3) и переносят в мерные колбы емкостью 100 *мл*. К растворам в колбах добавляют по 10 *мл* раствора хлористого аммония, 25 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют сначала 40%-ным раствором и под конец 0,5 н раствором едкого натра до первого появления неисчезающего желтого окрашивания.

Содержание каждой колбы доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают, оставляют на 15 *мин*, после чего колориметрируют.

Измерение производят в кюветах с толщиной слоя жидкости в 30 *мл* (емкость кюветы 14 *мл*) с синим светофильтром.

Контрольным раствором служит дистиллированная вода. Для построения калибровочной кривой повторяют приготовление серии стандартных растворов 3—4 раза и берут среднее значение из показаний фотоэлектроколориметра.

Пример.

Средние данные оптической плотности (показания прибора ФЭК-М) для построения калибровочной кривой.

Раствор Б железоаммонийных квасцов в мл	Концентрация Fe_2O_3 в мг	5%-ный раствор NH_4Cl в мл	10%-ный раствор сульфосалициловой кислоты в мл	Средняя оптическая плотность
2	0,1	10	25	0,016
6	0,3	10	25	0,049
10	0,5	10	25	0,080
14	0,7	10	25	0,109
18	0,9	10	25	0,134
22	1,1	10	25	0,160
26	1,3	10	25	0,185
30	1,5	10	25	0,210

По данным, указанным в примере, строят калибровочную кривую.

Построение калибровочной кривой

На миллиметровой бумаге по оси абсцисс откладывают известные концентрации эталонных растворов в *мг:* 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3 и 1,5; по оси ординат откладывают соответствующие им значения средней оптической плотности, измеренные на фотоэлектроколориметре. В нашем примере они равны: 0,016; 0,049; 0,080; 0,109; 0,134; 0,160; 0,185 и 0,210. К точкам, полученным на осях, проводят перпендикуляры и точки пересечения их друг с другом соединяют сплошной линией.

Для определения концентрации Fe_2O_3 в исследуемом растворе при помощи калибровочной кривой измеряют оптическую плот-

ность данного раствора и на оси ординат находят точку, соответствующую измеренному значению оптической плотности.

Из найденной точки проводят прямую, параллельную оси абсцисс до пересечения с кривой, и из точки пересечения опускают перпендикуляр на ось абсцисс. Полученная точка характеризует концентрацию Fe_2O_3 исследуемого раствора.

в) *Описание определения*

2 *г* непропудренного мелконарезанного каучука взвешивают с точностью до 0,0002 *г* и помещают в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель. Тигель закрывают крышкой и ставят в муфельную печь или тигельную печь, нагретую до температуры 700—800°С. По прекращении выделения летучих продуктов (дыма) крышку с тигля снимают и остаток в тигле прокаливают в муфельной (или тигельной) печи до полного исчезновения образовавшихся при сгорании каучука частиц угля. Затем тигель с остатком вынимают, охлаждают, золу из тигля смывают в стакан 20 *мл* горячей разбавленной 1:3 соляной кислоты и 10—15 *мл* горячей воды. Содержимое стакана кипятят до полного растворения крупинок окислов железа и получения однородного раствора. Если окислы железа полностью не растворяются, добавляют 3—5 *мл* азотной кислоты и снова кипятят.

Раствор фильтруют в мерную колбу емкостью 100 *мл*.

Фильтр промывают 3—4 раза горячей водой порциями по 5—6 *мл*.

В колбу с профильтрованным раствором добавляют 10 *мл* раствора хлористого аммония и 25 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты. Раствор в колбе нейтрализуют несколькими каплями 40%-ного раствора едкого натра и заканчивают нейтрализацию прибавлением 2—3 капель 0,5 н раствора едкого натра до первого появления неисчезающего желтого окрашивания. Объем раствора доводят водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют на 15 *мин*, одновременно включают в электросеть фотоколориметр. Через 15 *мин* раствор из колбочки переносят в кюветку с толщиной слоя жидкости 30 *мм* (емкость кюветки 14 *мл*) и колориметрируют с синим светофильтром. Контрольными растворами в двух других кюветах служит дистиллированная вода.

Содержание железа в процентах (X_4) вычисляют по формуле:

$$X_4 = \frac{a \cdot 100 \cdot 0{,}6994}{1000 \cdot G},$$

где:

a — весовое количество Fe_2O_3, найденное по калибровочной кривой, в *мг*;

G — навеска каучука в *г*;

1000 — коэффициент перевода *мг* в *г*;

0,6994 — коэффициент пересчета Fe_2O_3 на Fe.

Нулевая точка гальванометра должна через 2—3 определения проверяться контрольными растворами.

III. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА И ХРАНЕНИЕ

20. Каучук, изготовляемый в виде ленты, наматывают в рулоны весом нетто 100 *кг*.

21. Рулон каучука упаковывают в тканевый, пропитанный нитролаком, или полихлорвиниловый мешок. На каждом рулоне ставят штамп, указывающий марку каучука. С наружной стороны упаковки каждого рулона прикрепляют бирку с указанием наименования каучука, номера партии, номера рулона, номера группы по термопластицируемости, веса нетто, завода-поставщика, даты выпуска и номера настоящего стандарта.

22. Каждую выпускаемую партию каучука завод-поставщик сопровождает паспортом, в котором указывается: номер и вес партии, твердость непластифицированного каучука, твердость после термопластикации, номер группы по термопластицируемости, время пластикации для достижения твердости 1000 ± 100 *г*, предел прочности при разрыве, относительное и остаточное удлинения, эластичность, содержание золы с тальком и без талька, содержание жирной кислоты, железа, неозона «Д», потери в весе и номер настоящего стандарта.

Примечание. В паспорте допускаются дополнительные надписи и указания.

23. Рулоны каучука хранят сложенными в штабели не более трех рулонов в высоту, в неогнеопасном и сухом помещении при температуре не свыше плюс 25°С. Каучук должен быть защищен от загрязнения и действия прямых солнечных лучей.

24. Срок хранения каучуков марок СКС-30А, СКС-30 и СКМС-30 не более двух лет.

Замена

ГОСТ 127—64 введен взамен ГОСТ 127—51.
ГОСТ 202—62 введен взамен ГОСТ 202—41.
ГОСТ 269—66 введен взамен ГОСТ 269—53.
ГОСТ 270—64 введен взамен ГОСТ 270—53.
ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.
ГОСТ 3158—65 введен взамен ГОСТ 3158—46.
ГОСТ 3773—60 введен взамен ГОСТ 3773—47.
ГОСТ 4197—66 введен взамен ГОСТ 4197—48.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.
ГОСТ 4461—67 введен взамен ГОСТ 4461—48.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ГОСТ 5962—51.
ГОСТ 6484—64 введен взамен ГОСТ 6484—53.
ГОСТ 7885—63 введен взамен ГОСТ 7885—56.

gost.e-ecolog.ru