ГОСТ 28665—90
(ИСО 4650—84)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕЗИНА

ИДЕНТИФИКАЦИЯ.
МЕТОД ИНФРАКРАСНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Издание официальное

БЗ 8—2004

Москва
Стандартинформ
2005

gost.e-ecolog.ru

УДК 678:543.42:006.354 Группа Л69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕЗИНА

Идентификация. Метод инфракрасной спектрометрии

Rubber. Identification.
Infra-red spectrometric method

МКС 83.060
ОКСТУ 2509

ГОСТ 28665—90

(ИСО 4650—84)

Дата введения 01.07.92

1. НАЗНАЧЕНИЕ

1.1. Настоящий стандарт устанавливает метод идентификации полимеров, основанный на изучении инфракрасных спектров продуктов пиролиза (пиролизатов) и пленок, полученных из растворов. Типичные спектры приведены в приложении. Метод применим к каучукам, резиновым смесям и вулканизатам.

1.2. Метод предполагает наличие квалифицированного персонала для подготовки образца, получения и анализа инфракрасного спектра. Для обеспечения оптимальных характеристик необходимо соблюдать заводские инструкции. В настоящий стандарт не включены подробные сведения о работе инфракрасных спектрофотометров.

1.3. Настоящий метод не применим для количественного анализа.

2. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

2.1. Метод применим к каучукам, используемым отдельно или в виде бинарных смесей, если содержание меньшего компонента не менее 20 % (пп. 2.1.1—2.1.8). Исключения приведены в п. 2.2.

Примечание. Распространение данного метода на другие полимеры в настоящее время не рассматривается.

2.1.1. Изопреновые каучуки

2.1.1.1. Натуральный каучук, синтетический полиизопрен, гуттаперча и балата.

2.1.1.2. Анализ пиролизата не позволяет различать формы полиизопрена.

2.1.1.3. Анализ пленки позволяет различать натуральный и синтетический цис-полиизопрены от балаты, гуттаперчи и синтетического транс-полиизопрена.

2.1.1.4. Метод не позволяет различать натуральный каучук и синтетический цис-полиизопрен.

2.1.1.5. Метод не позволяет различать балату, гуттаперчу и синтетический транс-полиизопрен.

2.1.2. Бутадиен-стирольные каучуки

2.1.2.1. Все сополимеры стирола и бутадиена и их маслонаполненные формы.

2.1.2.2. Анализ пиролизата не позволяет различать каучуки эмульсионной и растворной полимеризации.

2.1.2.3. Изучение пиролизата или пленки может дать некоторую информацию о соотношении мономеров и системе полимеризации.

2.1.3. Бутадиенакрилонитрильные каучуки

2.1.3.1. Анализ пиролизата не позволяет измерить соотношение акрилонитрила и бутадиена.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1991
© Стандартинформ, 2005

2.1.3.2. Анализ пиролизата или пленки может дать некоторую информацию относительно содержания акрилонитрила.

2.1.4. Хлоропреновые каучуки

Настоящий метод не позволяет различать типы хлоропреновых каучуков.

2.1.5. Изобутен-изопреновые каучуки (бутилкаучук)

Настоящий метод не позволяет различать бутилкаучуки и галогенированные бутилкаучуки.

2.1.6. Бутадиеновые каучуки с высоким содержанием цис-звеньев

2.1.6.1. Анализ пиролизата не позволяет различать бутадиеновые каучуки с различным соотношением изомеров.

2.1.6.2. Анализ пленки может дать некоторую информацию о соотношении изомеров и мономеров.

2.1.7. Этиленпропиленовые каучуки

Настоящий метод не позволяет различать каучуки с различным соотношением этилена и пропилена, а также сополимеры и терполимеры.

2.1.8. Хлорсульфированный полиэтилен

Настоящий метод не позволяет различать различные типы хлорсульфированного полиэтилена.

2.2. Исключения для смесей

2.2.1. Может вызвать трудности анализ смеси натурального и (или) синтетического полиизопрена (20 %) и полихлоропрена (80 %), так как идентификация меньшего компонента возможна в том случае, если его содержание в смеси равно или больше 30 %.

2.2.2. Может вызвать трудности анализ смеси бутадиен-стирольного каучука (80 %) и полибутадиена с высоким содержанием цис-звеньев (20 %), так как идентификация меньшего компонента возможна в том случае, если его содержание в смеси равно или больше 30 %. Смесь бутадиен-стирольного каучука и полибутадиена может иметь спектр, не отличающийся от спектра бутадиен-стирольного каучука с низким содержанием стирола.

2.2.3. Представляет трудности анализ смеси этиленпропиленового каучука с другими каучуками, когда содержание этиленпропилена ниже 40 %.

2.3. Специальные случаи

В сложных случаях дополнительную информацию может дать анализ инфракрасных спектров газообразных продуктов пиролиза.

2.4. Стандартные спектры

В приложении приведены таблицы частот поглощения и стандартные спектры для каучуков, перечисленных в п. 2.1.

3. ССЫЛКА

ИСО 1407—76* Резина. Определение экстракта растворителя.

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

4.1. Идентификация по пиролизатам

4.1.1. Небольшое количество экстрагированного и высушенного каучука пиролизуют либо в потоке азота в пробирке, помещенной в небольшую электропечь с терморегулировкой при (550±25) °С (предпочтительный метод) или быстро пиролизуют в пробирке, помещенной в горячую зону газового пламени.

4.1.2. В процессе пиролиза проводят испытание на галоген.

4.1.3. Несколько капель пиролизата переносят на соляную пластинку и регистрируют инфракрасный спектр при длине волны от 2,5 до 15 мкм (4000—667 $см^{-1}$).

4.1.4. Каучук, сырой или вулканизованный, идентифицируют сравнением со стандартным спектром и по таблице диагностических частот (наиболее важные частоты выражены длиной волны или волновым числом).

4.1.5. В каждой лаборатории, где используют этот стандарт, должны быть получены спектры всех каучуков, которые могут встречаться при идентификации. Эти спектры должны быть получены

---

* Введен в ГОСТ 24919—91 (здесь и далее).

таким же способом и на том же оборудовании, которое будет использоваться для неизвестных образцов.

4.2. Идентификация вулканизатов по пленкам, полученным из раствора

Приведены два альтернативных метода.

4.2.1. Небольшое количество экстрагированного и высушенного каучука растворяют в 1,2-дихлорбензоле и фильтруют. Пленку отливают на соляной пластинке; инфракрасный спектр регистрируют при длине волны от 2,5 до 15 мкм. Каучук идентифицируют, как указано в п. 4.1.4.

4.2.2. Небольшое количество экстрагированного и высушенного каучука подвергают умеренному термическому разложению при (200 ± 5) °С в течение короткого времени. Затем образец растворяют в 1,1,1-трихлорэтане и потом в дихлорметане. Пленку отливают на соляной пластине и регистрируют инфракрасный спектр при длине волны от 2,5 до 15 мкм. Резину идентифицируют, как указано в п. 4.1.4.

4.3. Идентификация каучуков по пленкам, полученным из раствора

Небольшое количество экстрагированного и высушенного каучука растворяют в дихлорметане и фильтруют. Пленку отливают на соляной пластине и регистрируют инфракрасный спектр при длине волны от 2,5 до 15 мкм. Каучук идентифицируют, как указано в п. 4.1.4.

5. РЕАКТИВЫ

При проведении анализа следует соблюдать все меры предосторожности. Выпаривание следует проводить в вытяжном шкафу.

При проведении этого анализа используют реактивы аналитического класса, дистиллированную воду или воду такой же чистоты.

5.1. Азот сжатый в баллонах.

5.2. Растворители для экстракции (п. 7.1.1).

Примечание. Растворители должны быть выбраны так, чтобы обеспечить максимальную экстракцию. Можно использовать другие растворители, если аналитик уверен, что они не окажут влияния на интерпретацию инфракрасного спектра.

5.2.1. Метанол (предпочтительнее).

5.2.2. 2-пропанол.

5.2.3. Этанол или денатурированный этанол.

5.2.4. Бутанон.

5.2.5. Ацетон.

5.2.6. Азеотропная смесь этанол-толуол[1].

5.3. Растворители для растворения каучука и приготовления пленок

Примечание. Можно использовать другие растворители, если аналитик уверен, что они не окажут влияния на интерпретацию инфракрасного спектра.

5.3.1. Толуол.

5.3.2. 1,1,1-трихлорэтан.

5.3.3. Дихлорметан.

5.3.4. 1,2-дихлорбензол.

5.4. Безводный сульфат натрия.

5.5. Индикаторная бумага конго-красный.

6. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная в пп. 6.1—6.8.

6.1. Прибор для экстракции.

Можно использовать прибор, указанный в ИСО 1407.

---

[1] Смесь 70 объемных частей этанола и 30 объемных частей толуола кипятят с обратным холодильником в течение 4 ч над свежепрокаленной окисью кальция. Перегоняют и собирают среднюю фракцию, температура кипения которой не отличается более чем на 1 °С. Если используют абсолютный этанол, над оксидом кальция можно не сушить.

6.2. Прибор для проведения пиролиза (черт. 1 приложения).

На пробирке *А* имеются внутренние выступы для предупреждения падения образца на дно пробирки и боковой трубки-конденсатора. Шлиф *В* имеет небольшую стеклянную отводную трубку.

6.3. Капиллярные пипетки.

6.4. Термостат с регулировкой температуры (200±5) °С.

6.5. Кипящая водяная баня.

6.6. Полированные стеклянные пластины из хлорида натрия (NaCl) или бромида калия (KBr).

6.7. Вспомогательный порошок для фильтрования, например диатомный кремний или подобный материал.

6.8. Двухлучевой инфракрасный спектрометр, который может регистрировать спектр при длине волны от 2,5 до 15 мкм (п. 1.2).

7. ПРОВЕДЕНИЕ ПИРОЛИЗА

Примечание. Методы, приведенные в пп. 7.1 и 7.2, могут дать разные сравнительные пики интенсивности для полимеров в данной смеси.

7.1. Пиролиз с регулировкой температуры в потоке азота (черт. 1) (предпочтительный метод)

7.1.1. Каучук листуют в тонкую пластинку на лабораторных вальцах с помощью метода, приведенного в ИСО 1407 или, если это невозможно, нарезают каучук на кубики со стороной максимум 2 мм. Завертывают приблизительно 0,5 г в фильтровальную бумагу или найлон. Экстрагируют завернутую испытуемую пробу каучука или вулканизата в экстракционной чашке прибора для экстракции (п. 6.1) не менее 16 ч метанолом или соответствующим растворителем (п. 5.2.1). Для экстракции бутадиенстирольных каучуков можно использовать азеотропную смесь этанол-толуол. Вулканизаты можно экстрагировать бутаноном, но каучуки и невулканизованные смеси в нем растворяются.

7.1.2. Вынимают экстрагированный каучук из прибора и высушивают при 100 °С до удаления растворителя. Обычно для этого требуется от 1 до 2 ч.

7.1.3. Помещают 0,1—0,2 г подготовленной испытуемой пробы в пробирку для пиролиза А.

7.1.4. Вводят небольшое количество безводного сульфата натрия (п. 5.4) в приемник С для поглощения воды, образующейся при пиролизе.

7.1.5. Подносят полоску влажной индикаторной бумаги конго-красный к отверстию соединительной трубки для определения галогена (изменение окраски с красной на голубую указывает на присутствие галогена).

7.1.6. Если используют другие методы для определения галогена, то вместо методики, указанной в п. 7.1.5, применяют соответствующий метод.

7.1.7. Доводят температуру электропечи *Д* до (550 ± 25) °С. Эта температура рекомендуется для того, чтобы пиролиз проходил быстро, без дополнительного разрушения и обугливания. Следует исключить более низкие температуры.

7.1.8. Пропускают медленно струю азота через пиролизную пробирку *А* и вводят пробирку, содержащую образец, в гнездо алюминиевого блока *Е*. Азот служит для вытеснения воздуха, предотвращая окисление и облегчая перемещение продуктов пиролиза в приемник *С*. Скорость тока азота поддерживают (10 ± 2) $см^3$/мин.

7.1.9. Продолжают нагревание до полной дистилляции, на которую требуется до 15 мин.

7.1.10. Переносят несколько капель пиролизата из приемника на одну из полированных соляных пластин (п. 6.6) с помощью капиллярной пипетки.

7.1.11. Помещают разделительную прокладку соответствующей толщины (приблизительно 25 мкм), закрывают кювету второй пластиной из того же материала и устанавливают ячейку в инфракрасный спектрофотометр (п. 6.8).

7.1.12. Регистрируют инфракрасный спектр при длине волны 2,5—15 мкм с помощью инфракрасного спектрофотометра (п. 6.8).

7.1.13. Спектр снимают немедленно после пиролиза для того, чтобы изменения продуктов пиролиза были минимальными.

7.2. Пиролиз в газовом пламени (альтернативный метод)

7.2.1. Подготавливают 0,5 г испытуемой пробы, как указано в пп. 7.1.1 и 7.1.2, и помещают 0,1—0,2 г на дно небольшой стеклянной пробирки. Подносят полоску влажной индикаторной бума-

ги конго красный к отверстию пробирки. Держат пробирку горизонтально и быстро вносят ее конец с подготовленной испытуемой пробой в горячую зону газовой горелки так, чтобы каучук подвергался быстрому пиролизу с минимальным обугливанием. Отмечают любое изменение цвета индикаторной бумаги конго красный с красного на голубой, указывающее на присутствие галогена.

7.2.2. Продолжают нагревать до конденсации пиролизата в холодном конце пробирки и до полной дистилляции, затем вынимают пробирку из пламени. Испытание проводят по пп. 7.1.10—7.1.13.

7.2.3. Можно поместить экстрагированную испытуемую пробу в небольшую стеклянную пробирку с вытянутым концом в форме реторты. Испытания проводят, как указано в п. 7.2.1.

Меры предосторожности. Поддерживают подающий конец пробирки теплым для того, чтобы продукты пиролиза не конденсировались и не закрывали отверстие, приводя к взрыву пробирки.

Собирают конденсат в маленькую пробирку, содержащую небольшое количество безводного сульфата натрия (п. 5.4), для удаления влаги. Испытания проводят по пп. 7.1.10—7.1.13.

7.2.4. Если применяют другой метод обнаружения галогена, то следует использовать соответствующую методику проведения испытания взамен указанной.

8. ПОЛУЧЕНИЕ ПЛЕНОК ИЗ РАСТВОРА

Примечание. Методы, описанные в пп. 8.1 и 8.2, могут дать различные относительные пики интенсивности для полимеров в данной смеси. Пленка, полученная с помощью метода, описанного в п. 8.2, может содержать большое количество термически менее стабильного полимера.

8.1. Растворение вулканизатов

8.1.1. Подготавливают испытуемую пробу в количестве приблизительно 2 г (или 5 г, если ожидается присутствие хлоропренового каучука – см. п. 8.1.3), как указано в пп. 7.1.1 и 7.1.2.

8.1.2. Проводят пиролиз испытуемой пробы массой 1 г (п. 8.1.1) и испытание на галоген в соответствии с пп. 7.1.5—7.1.9 и 7.2.1—7.2.4.

8.1.3. Помещают 1 г подготовленной испытуемой пробы (п. 8.1.1), 50 $см^3$ 1,2-дихлорбензола (п. 5.3.4) в колбу вместимостью 100 $см^3$ с дефлегматором. Если ожидается присутствие хлоропренового каучука, подготавливают испытуемую пробу массой 5 г; помещают 4 г испытуемой подготовленной пробы и 200 $см^3$ 1,2-дихлорбензола в колбу вместимостью 500 $см^3$ с дефлегматором. Нагревают при 120 °С до тех пор, пока испытуемая проба не растворится.

8.1.3.1. Время, необходимое для растворения, зависит от типа каучука. Так, натуральный каучук растворяется за 3—4 ч, в то время как для растворения хлоропренового каучука может потребоваться 12 ч. Некоторые каучуки вообще полностью не растворяются.

8.1.3.2. Прерывают нагревание к концу 12-го часа для уменьшения опасности изменения молекулярной структуры каучука.

8.1.3.3. Если за 12 ч не произошло полное растворение, достаточное количество каучука растворилось для получения хорошего спектра, хотя при этом может и не быть обоих компонентов смеси. Частичное растворение может вызвать разделение компонентов смеси и дальнейшую информацию можно получить при пиролизе сухого остатка.

8.1.4. Охлаждают смесь и переносят в стакан, содержащий 50 $см^3$ толуола (п. 5.3.1).

8.1.5. Если проба не содержит технический углерод, проводят центрифугирование для осаждения минеральных наполнителей.

8.1.6. Если проба содержит технический углерод, добавляют 10—20 г фильтровального порошка (п. 6.7) и отфильтровывают через фильтровальную бумагу[1].

8.1.7. Если фильтрат, полученный по п. 8.1.6, все-таки содержит технический углерод, повторяют фильтрование с новым количеством фильтрующего порошка.

8.1.8. Концентрируют центрифугированный и отфильтрованный раствор до небольшого объема под вакуумом в токе азота (п. 5.1).

8.1.9. Выпаривают несколько капель концентрированного раствора на полированной соляной пластине (п. 6.6) для получения пленки, дающей пропускание 10 %—20 % при длине волны 6,9 мкм.

---

[1] Бутадиен-нитрильный каучук может остаться на фильтровальной бумаге.

8.1.10. Регистрируют инфракрасный спектр в диапазоне длин волн 2,5—15 мкм с помощью инфракрасного спектрофотометра.

8.2. Термическая деструкция вулканизатов в мягких условиях

8.2.1. Подготавливают пробу в количестве 2 г, как указано в пп. 7.1.1 и 7.1.2.

8.2.2. Помещают подготовленную пробу в пробирку, закрытую стекловатой, и нагревают в течение 10 мин в термостате (п. 6.4) при (200 ± 5) °С. Затем пробу охлаждают.

8.2.3. Переносят испытуемую пробу в стакан и добавляют 50 $см^3$ 1,1,1-трихлорэтана (п. 5.3.2). Закрывают часовым стеклом.

8.2.4. Ставят стакан с содержимым на водяную баню на 30 мин (п. 6.5) с периодическим помешиванием для лучшего растворения разрушенной резины.

8.2.5. Фильтруют полученную смесь, как указано в п. 8.2.4, через фильтровальную бумагу для удаления нерастворившегося вулканизата или наполнителей.

8.2.6. Если из вулканизата выделился свободный технический углерод (для полиизопрена и бутилкаучука), то добавляют небольшое количество фильтровального порошка (п. 6.7) к раствору перед фильтрованием.

8.2.7. Удаляют растворитель выпариванием, дистилляцией или при помощи вращающегося испарителя под вакуумом.

8.2.8. Растворяют осадок в небольшом количестве дихлорметана (п. 5.3.3).

8.2.9. Если аналитик подозревает, что фильтрат, полученный по п. 8.2.6, содержит не каучук, а другой материал, который может помешать правильной интерпретации конечного инфракрасного спектра, то следует провести переосаждение полимера из раствора (п. 8.2.5 или 8.2.6) с помощью метанола. Фильтруют восстановленный полимер и растворяют в дихлорметане (п. 5.3.3).

8.2.10. Выпаривают несколько капель раствора в дихлорметане на полированной соляной пластине (п. 6.6) для получения пленки, дающей пропускание 10 %—20 % при длине волны 6,9 мкм.

8.2.11. Регистрируют инфракрасный спектр в диапазоне длин волн 2,5—15 мкм с помощью инфракрасного спектрофотометра (п. 6.8).

8.3. Растворение каучуков

8.3.1. Подготавливают испытуемую пробу массой 2 г, как указано в пп. 7.1.1 и 7.1.2.

8.3.2. Проводят пиролиз приблизительно 1 г подготовленной испытуемой пробы (п. 8.3.1) и испытание на присутствие галогена, как указано в пп. 7.1.5—7.1.9 или пп. 7.2.1—7.2.4.

8.3.3. Помещают оставшийся 1 г подготовленной испытуемой пробы (п. 8.3.1) и 50 $см^3$ дихлорметана (п. 5.3.3) в колбу вместимостью 100 $см^3$ с дефлегматором. Кипятят до растворения испытуемой пробы.

8.3.4. Охлаждают и переносят в химический стакан.

8.3.5. Концентрируют раствор до небольшого объема под вакуумом в токе азота (п. 5.1).

8.3.6. Выпаривают несколько капель концентрированного раствора на полированной стеклянной пластине (п. 6.6) для получения пленки, дающей пропускание 10 %—20 % при длине волны 6,9 мкм.

8.3.7. Регистрируют инфракрасный спектр в диапазоне длин волн 2,5—15 мкм с помощью инфракрасного спектрофотометра (п. 6.8).

9. ИНТЕРПРЕТАЦИЯ СПЕКТРА

9.1. Контрольный спектр

9.1.1. Из-за различных способов представления спектра рекомендуется получить ряд контрольных спектров на одном приборе до анализа неизвестных образцов.

9.1.2. Контрольный спектр должен быть получен на испытуемой пробе известного состава в соответствии с разд. 7 или 8.

Примечание. Потребитель должен сравнить контрольный спектр, полученный в своей лаборатории, с контрольным спектром, помещенным в приложении, и затем подготовить спектры для любых полимеров, для которых его спектр значительно отличается от спектра, приведенного в приложении.

9.1.3. В настоящем стандарте не приведены спектры смесей из-за большого количества сочетаний полимеров и их соотношений. Каждая лаборатория должна сделать свои спектры из испытуемых проб известного состава.

9.1.4. Незначительные, но неизбежные изменения условий проведения эксперимента и характеристик приборов могут привести к незначительным различиям в спектре.

Спектры, полученные в разное время, могут отличаться с точки зрения высоты пика (интенсивность абсорбции) или длины волны поглощения. Опытный спектроскопист сумеет в этом разобраться.

9.1.5. Вулканизаты могут дать спектры жидких пиролизатов и пленок, отличающиеся от спектров соответствующих каучуков; интерпретация такого спектра требует особого внимания, если не хватает ярко выраженных характеристик.

9.1.6. Предупреждения, приведенные в пп. 9.1.4 и 9.1.5, даны для того, чтобы спектроскопист придавал особое значение необходимости сохранения стандартных картотек пленок и пиролизатов всех каучуков, которые могут потребоваться для идентификации.

9.1.7. Во всех случаях спектры следует интерпретировать в свете испытаний на галоген. Если результат испытания отрицательный, то испытуемый каучук не является хлоропреновым каучуком или хлорсульфированным полиэтиленом.

9.2. Таблицы диагностических полос поглощения

9.2.1. Таблицы диагностических полос поглощения используют только в сочетании с контрольными спектрами. Их цель заключается в указании основных полос, с помощью которых спектры могут соотноситься с пленками и пиролизатами, как, например, особая природа определенных пиков, их взаимосвязь с соседними пиками или областями спектра и т.д.

9.2.2. Таблицы служат для усиления контрольных спектров путем более внимательного изучения причин отсутствия абсорбции и устранения тем самым в случае неясности определенных каучуков.

9.2.3. Диагностические полосы группируют в порядке изменения интенсивности от сильных к слабым. Под диагностической величиной подразумевают особые полосы поглощения, которые используются при идентификации каучука. Они не обязательно будут специфичными и интенсивными. Однако они характеризуют состав и структуру жидкого пиролизата в том смысле, что на них не оказывают серьезного влияния незначительные изменения условий пиролиза и растворения.

9.2.4. В основном, можно с уверенностью предположить, что кроме указанных исключений, все перечисленные полосы поглощения появятся в спектре пиролизата или пленки, а если они отсутствуют, это значит, что отсутствует каучук, который ищут.

10. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующие данные:

1) все подробные сведения, необходимые для полной идентификации образца;
2) ссылку на настоящий стандарт;
3) используемый метод;
4) идентификацию каучука (каучуков) в образце;
5) дату испытания.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ТАБЛИЦЫ ДИАГНОСТИЧЕСКИХ ПОЛОС ПОГЛОЩЕНИЯ И СТАНДАРТНЫЕ КОНТРОЛЬНЫЕ СПЕКТРЫ

В приложении приведены таблицы диагностических полос поглощения (табл. 3—10, 12—20) и стандартные контрольные спектры (черт. 2—35) для пиролизатов и пленок, полученных из растворов.

В табл. 1 приведены номера чертежей соответствующих контрольных спектров пиролизатов и пленок полимеров и их вулканизатов.

Таблица 1

Тип каучука	Номер чертежа	
	Полимер	Вулканизат
Пиролизаты		
Изопреновый каучук	2	3
Бутадиен-стирольный каучук	4	5
Бутадиенакрилонитрильный каучук	6	7
Хлоропреновый каучук	8	9
Изобутен-изопреновый каучук	10	11
Бутадиеновый каучук	12	13
Этиленпропиленовый каучук	14	15
Хлорсульфированный полиэтилен	16	17
Пленки, полученные из раствора		
Натуральный каучук	18	19
Гуттаперча	20	21
Бутадиен-стирольный каучук	22	23
Бутадиенакрилонитрильный каучук	24	25
Хлоропреновый каучук	26	27
Изобутен-изопреновый каучук	28	29
Бутадиеновый каучук	30	31
Этиленпропиленовый каучук	32	33
Хлорсульфированный полиэтилен	34	35

На каждом чертеже приведены два контрольных спектра: один с линейной шкалой длины волны и другой — с линейной шкалой волнового числа, представляющие спектры, полученные на приборах разного типа. Стрелки на спектрах указывают на диагностические полосы поглощения, приведенные в соответствующих таблицах.

1. Пиролизаты

1.1. Полосы поглощения, приведенные в табл. 2, не являются диагностическими и не могут быть использованы для идентификации каучука.

Таблица 2

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$*
3,0	3330
3,5	2860
5,9	1700
6,9	1450

* В системе СИ длина волны имеет размерность обратного метра. До тех пор, пока такие единицы используются на графиках и приборах, в настоящем стандарте также останется обратный сантиметр.

1.2. Основные полосы поглощения

1.2.1. Изопреновый каучук (см. черт. 2 и 3)

Таблица 3

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
11,3	885	Очень сильная
7,3	1370	Сильная
12,5	800	Средняя
6,1	1640	То же
11,0	909	Плечо

В вулканизатах интенсивность полосы при 12,5 мкм (800 $см^{-1}$) может иногда уменьшиться с появлением более широкой и менее интенсивной полосы при 12,3 мкм (813 $см^{-1}$).

1.2.2. Бутадиен-стирольный каучук (см. черт. 4 и 5)

Таблица 4

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
14,3	699	Очень сильная
12,9	775	Сильная
11,0	909	То же
10,1	990	Весьма сильная
6,7	1490	Средняя
10,4	962	То же

Сравнительная интенсивность полос поглощения при 11,0 (909 $см^{-1}$); 10,1 мкм (990 $см^{-1}$) и 10,4 мкм (962 $см^{-1}$) зависит от соотношения изомеров в бутадиеновой части и, следовательно, может изменяться.

1.2.3. Бутадиенакрилонитрильный каучук (см. черт. 6 и 7)

Таблица 5

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
4,5	2220	Средней силы
10,4	962	Средняя
6,2	1610	То же
6,3	1590	»
11,0	909	»

1.2.4. Хлоропреновый каучук (см. черт. 8 и 9).

Таблица 6

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
12,2	820	Средняя
13,4	747	Слабая, иногда отсутствует
13,0	769	То же
11,3	885	Средняя
14,3	699	То же

Пиролизат хлоропренового каучука может дать переменный и недостаточно характерный спектр. Наиболее приемлемая абсорбция отмечалась при 12,2 мкм (820 $см^{-1}$), но это несколько широкая полоса и часто не слишком интенсивная. Слабая абсорбция при 13,4 мкм (747 $см^{-1}$) иногда не появляется, а более сильные полосы при 11,3 мкм (885 $см^{-1}$) и 14,3 мкм (699 $см^{-1}$) в какой-то степени общие для всех других полимеров.

1.2.5. Изобутен-изопреновый каучук (см. черт. 10 и 11)

Таблица 7

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
7,3	1370	Сильная
7,2	1380	То же
11,3	885	»
8,0—8,2	1250—1220	Средняя двойная, иногда отсутствует
13,8	725	Очень слабая, иногда отсутствует

1.2.6. Бутадиеновый каучук (см. черт. 12 и 13)

Таблица 8

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
11,0	909	Сильная
10,4	962	То же
10,1	990	Средняя
12,3	813	Слабая
14,4	695	То же

Некоторые из основных полос поглощения в спектре пиролизата бутадиенового каучука по частоте и интенсивности аналогичны полосам в спектре пиролизата хлорсульфированного полиэтилена, поэтому при идентификации следует учитывать результат испытания на галоген (см. также п. 1.2.8). Особое внимание следует уделять интерпретации спектров вулканизатов; должны быть тщательно исследованы небольшие, но диагностически важные полосы поглощения в области 12—15 мкм (833—667 $см^{-1}$).

Бутадиеновые каучуки с различным соотношением изомеров могут дать при пиролизе различную степень интенсивности, а именно при 10,4 мкм (962 $см^{-1}$) и 11,0 мкм (909 $см^{-1}$).

Спектр пиролизата полибутадиена отличается от спектра пиролизата бутадиен-стирольного каучука тем, что в последнем полосы поглощения, характерные для полибутадиена, отсутствуют или значительно снижены за счет ароматических составляющих.

1.2.7. Этиленпропиленовый каучук (см. черт. 14 и 15).

Таблица 9

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
7,3	1370	Сильная
11,0	909	То же
11,3	885	»
10,4	962	Средняя
13,8	725	То же

1.2.8. Хлорсульфированный полиэтилен (см. черт. 16 и 17)

Таблица 10

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
11,0	909	Сильная
10,4	962	Средняя
10,1	990	То же
13,5	741	»
12,3	813	Слабая
13,9	720	То же
14,4	695	»

Некоторые из основных полос поглощения в спектре пиролизата хлорсульфированного полиэтилена по частоте и интенсивности аналогичны полосам в спектре пиролизата полибутадиена и при выборе из двух полимеров следует учитывать результаты испытания на галоген. В вышеприведенную таблицу включены некоторые полосы поглощения, характерные для обоих полимеров, но на присутствие полиэтилена указывают полосы средней интенсивности при 12,3 мкм (813 $см^{-1}$) и 13,5 мкм (741 $см^{-1}$). Особое внимание следует уделять интерпретации спектров вулканизатов.

2. Пленки, полученные из раствора

Примечание. Приведенные контрольные спектры основаны на спектрах, полученных в лаборатории, но они могут быть решены с помощью компьютера.

2.1. Полосы поглощения, приведенные в табл. 11, не являются диагностическими и не могут быть использованы для идентификации полимера.

Таблица 11

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$
3,0	3330
3,5	2860
5,9	1700
6,9	1449

2.2. Основные полосы поглощения

2.2.1. Натуральный каучук (см. черт. 18 и 19)

Таблица 12

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
12,0	833	Сильная
7,3	1370	То же
6,0	1665	Средняя
11,3	885	Слабая

Синтетический цис-полиизопрен дает очень похожие диагностические полосы поглощения и спектры (см. п. 2.1.1.4).

2.2.2. Гуттаперча (см. черт. 20 и 21).

Таблица 13

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
11,8	848	Сильная
7,2	1390	То же
8,7	1150	Средняя
6,0	1670	То же
11,3	885	»

Балата и синтетический транс-полиизопрен имеют очень похожие диагностические полосы поглощения и спектры (см. п. 2.1.1.5).

2.2.3. Бутадиен-стирольный каучук (см. черт. 22 и 23)

Таблица 14

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
14,3	699	Очень сильная
10,4	962	То же
13,2	758	Сильная
11,0	909	То же
6,7	1490	Средняя

Приведенные диагностические полосы поглощения и соответствующие спектры относятся к бутадиен-стирольному каучуку с содержанием стирола около 23,5 % (м/м), полученному эмульсионной полимеризацией. Другие сополимеры, имеющие различное соотношение мономеров, или сополимеры растворной полимеризации могут незначительно отличаться по диагностическим полосам поглощения и спектрам.

2.2.4. Бутадиенакрилонитрильный каучук (см. черт. 24 и 25)

Таблица 15

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
10,4	962	Очень сильная
4,5	2220	Сильная
10,9	917	Средняя

Указанные диагностические полосы поглощения и соответствующие спектры относятся к бутадиенакрилонитрильному каучуку с содержанием акрилонитрила около 33 % (м/м).

2.2.5. Хлоропреновый каучук (см. черт. 26 и 27)

Таблица 16

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
6,0	1665	Очень сильная
9,0	1110	Сильная
12,2	820	То же
7,6	1315	Средняя

2.2.6. Изобутен-изопреновый каучук (см. черт. 28 и 29)

Таблица 17

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
7,3	1370	Очень сильная
7,2	1390	То же
8,1	1235	»

2.2.7. Бутадиеновый каучук (см. черт. 30 и 31).

Таблица 18

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
13,6	735	Очень сильная
11,0	909	Средняя
10,4	962	То же
10,1	990	»

Приведенные диагностические полосы поглощения и соответствующие спектры относятся к бутадиеновому каучуку с высоким содержанием цис-звеньев. Сравнительная интенсивность поглощения зависит от соотношения изомеров в вулканизатах.

2.2.8. Этиленпропиленовый каучук (см. черт. 32 и 33).

Таблица 19

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
7,3	1370	Сильная
8,7	1150	Средняя
13,8	722	То же

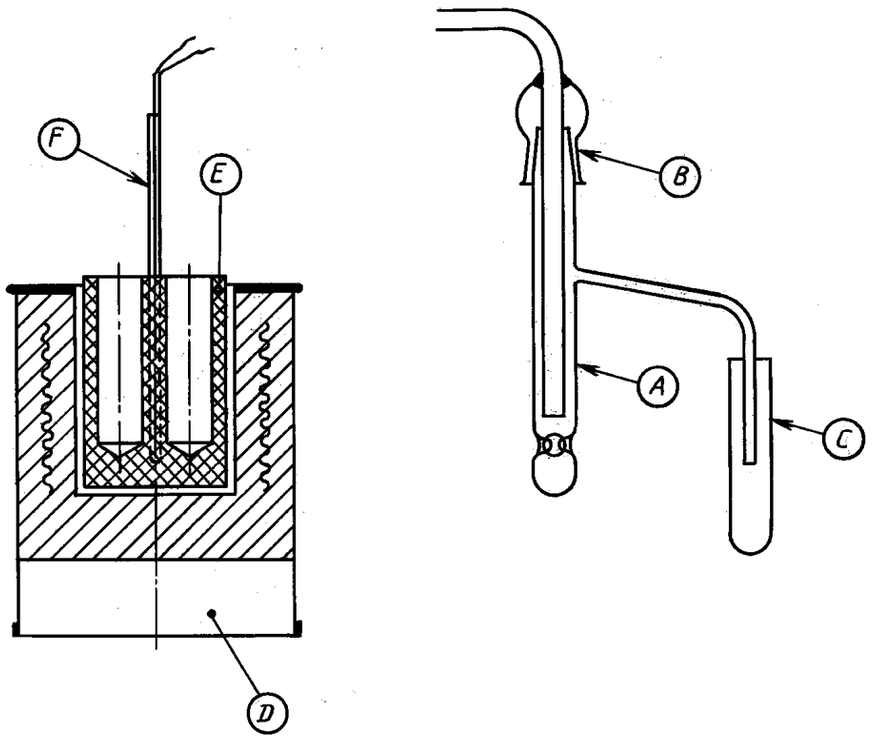
2.2.9. Хлорсульфированный полиэтилен (см. черт. 34 и 35).

Таблица 20

Длина волны, мкм	Волновое число, $см^{-1}$	Интенсивность
7,3	1370	Сильная
8,6	1160	То же
7,9	1265	Средняя
13,8	722	То же

В вулканизатах абсорбция, зависящая от хлорсульфированных групп, резко уменьшается.

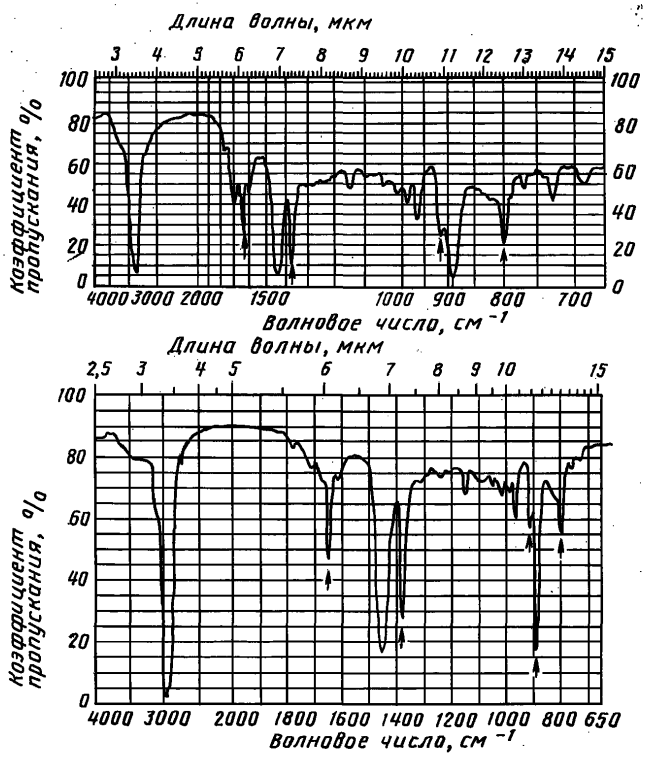
Аппаратура для проведения пиролиза



A — стеклянная пробирка для контейнера с образцом; *B* — круглый стеклянный шлиф; *C* — приемник; *D* — терморегулируемая электропечь; *E* — алюминиевый блок с отверстиями для пробирок; *F* — термопара

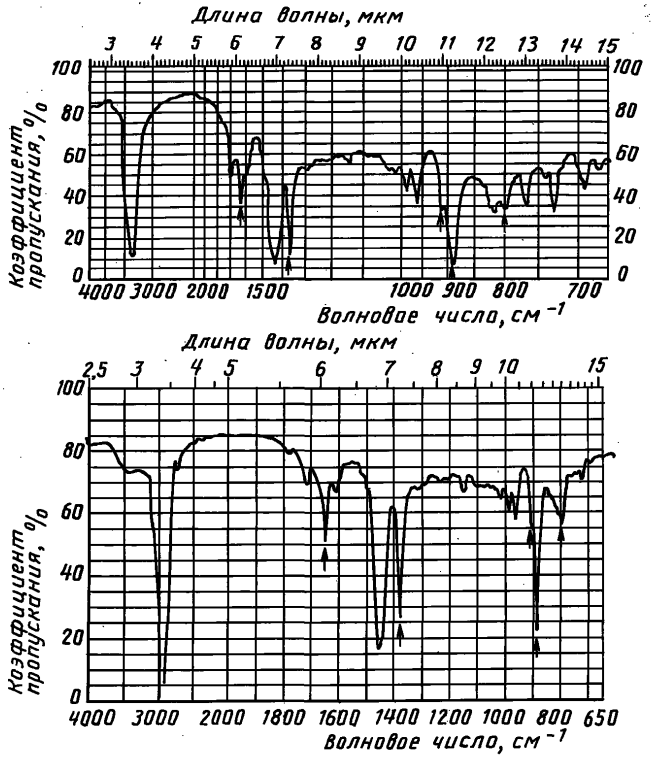
Черт. 1

Изопреновый каучук. Пиролизат каучука



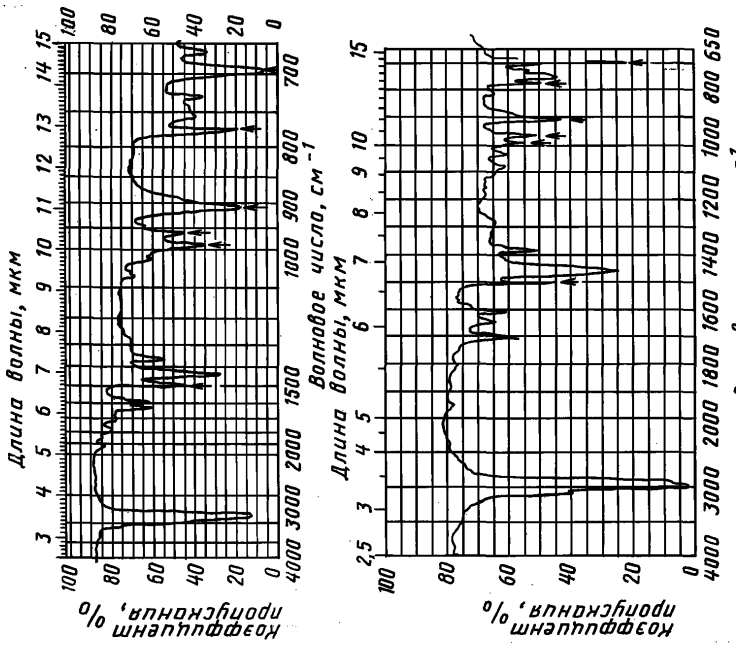
Черт. 2

Изопреновый каучук. Пиролизат вулканизата



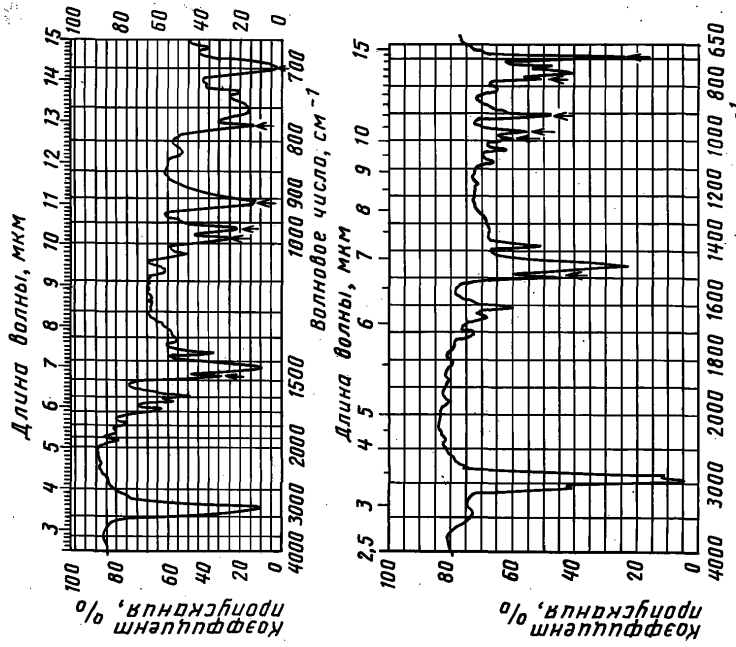
Черт. 3

Бутадиен-стирольный каучук. Пиролизат каучука



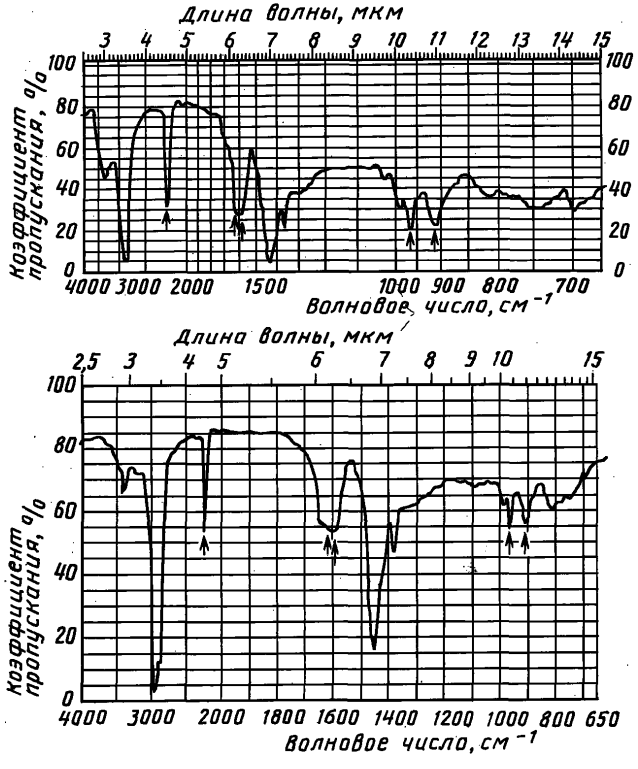
Черт. 4

Бутадиен-стирольный каучук. Пиролизат вулканизата



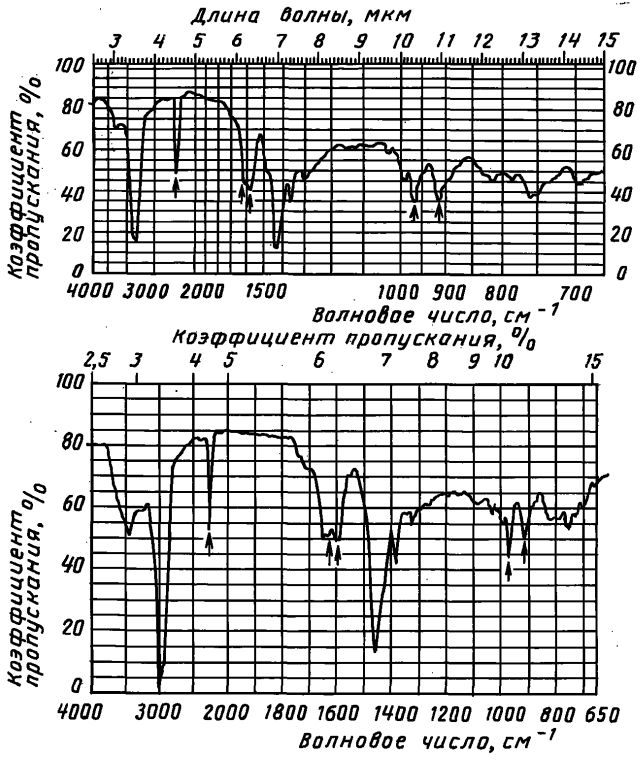
Черт. 5

Нитрильный каучук. Пиролизат каучука



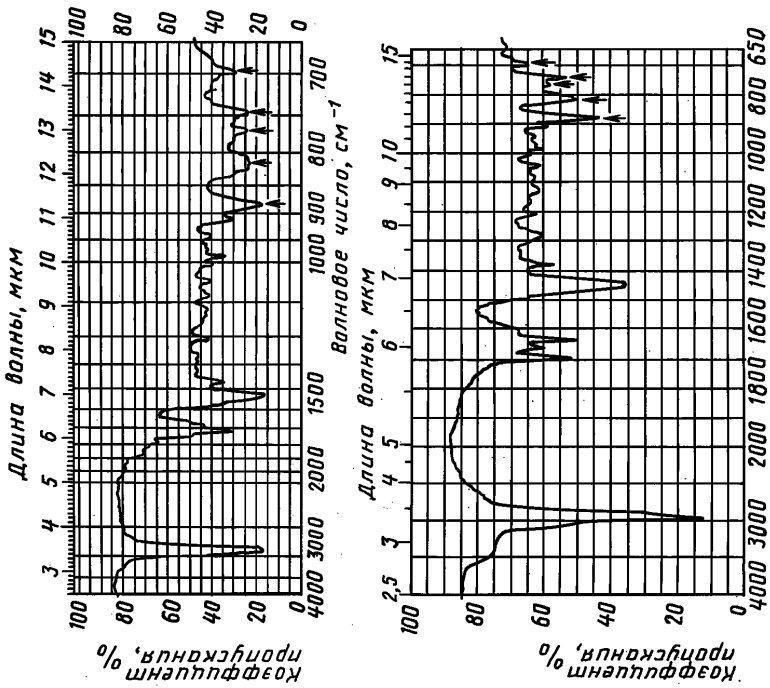
Черт. 6

Нитрильный каучук. Пиролизат вулканизата



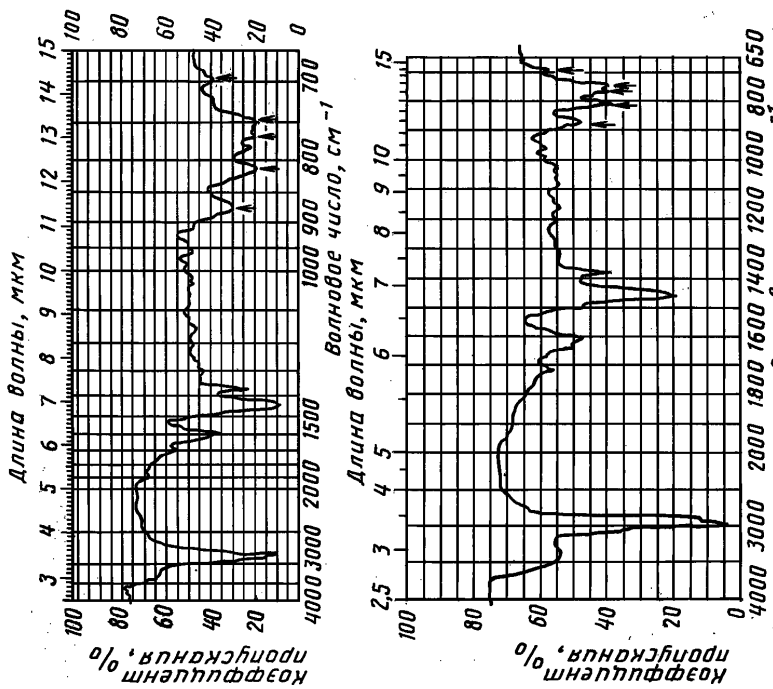
Черт. 7

Хлоропреновый каучук. Пиролизат каучука



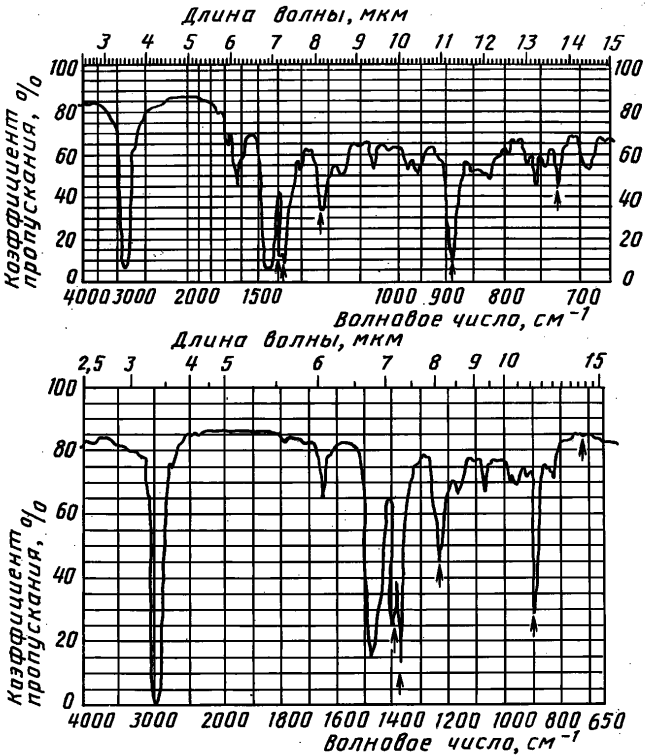
Черт. 8

Хлоропреновый каучук. Пиролизат вулканизата



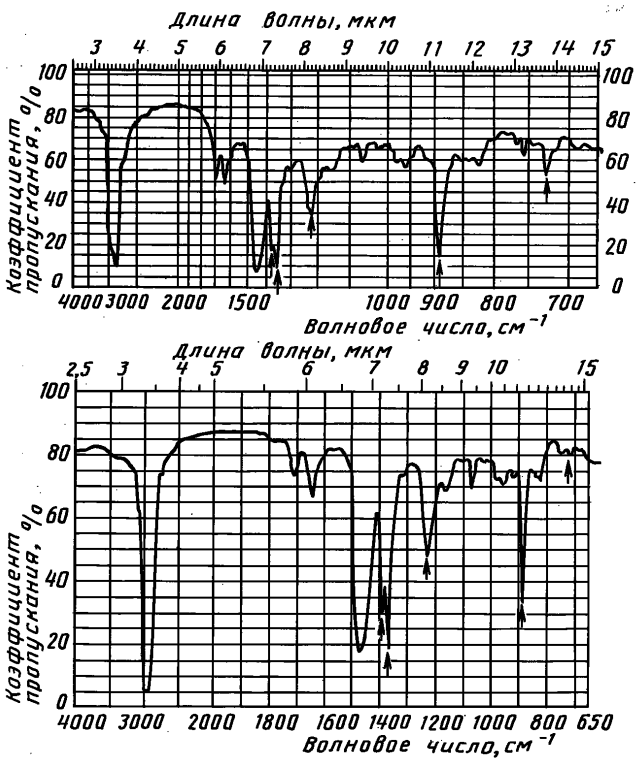
Черт. 9

Изобутен-изопреновый каучук. Пиролизат каучука



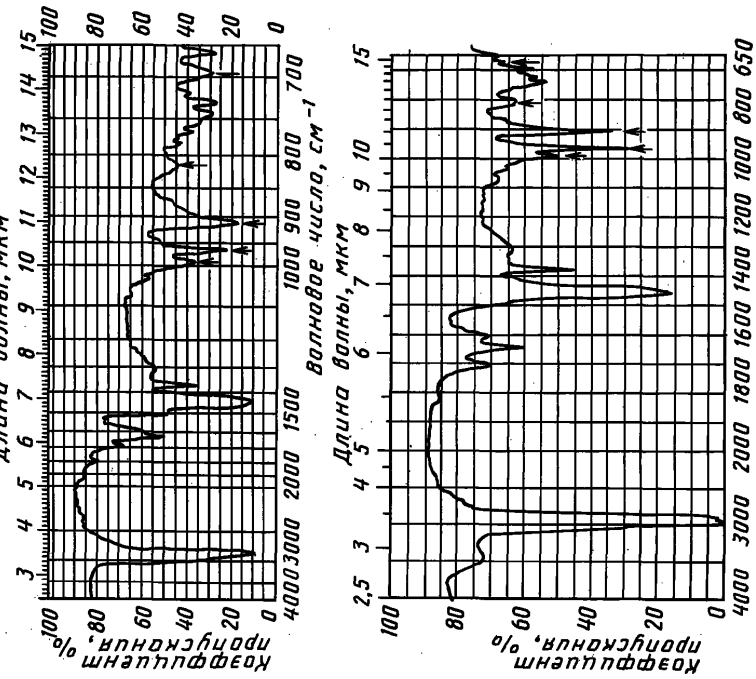
Черт. 10

Изобутен-изопреновый каучук. Пиролизат вулканизата



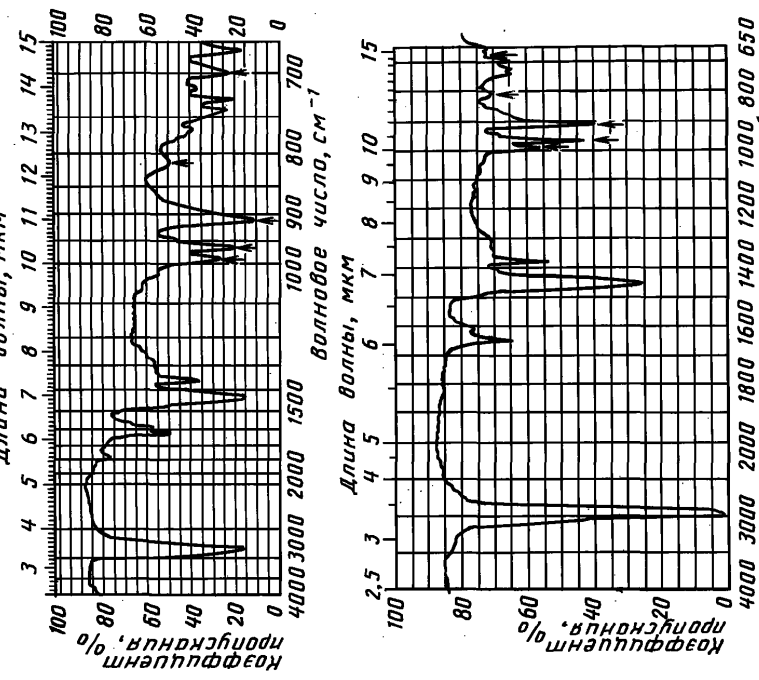
Черт. 11

Бутадиеновый каучук. Пиролизат вулканизата



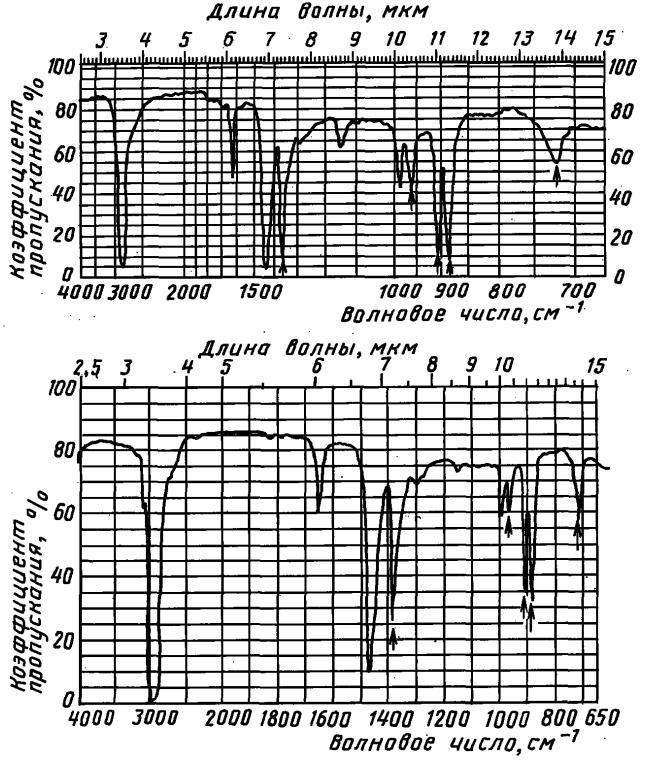
Черт. 13

Бутадиеновый каучук. Пиролизат каучука



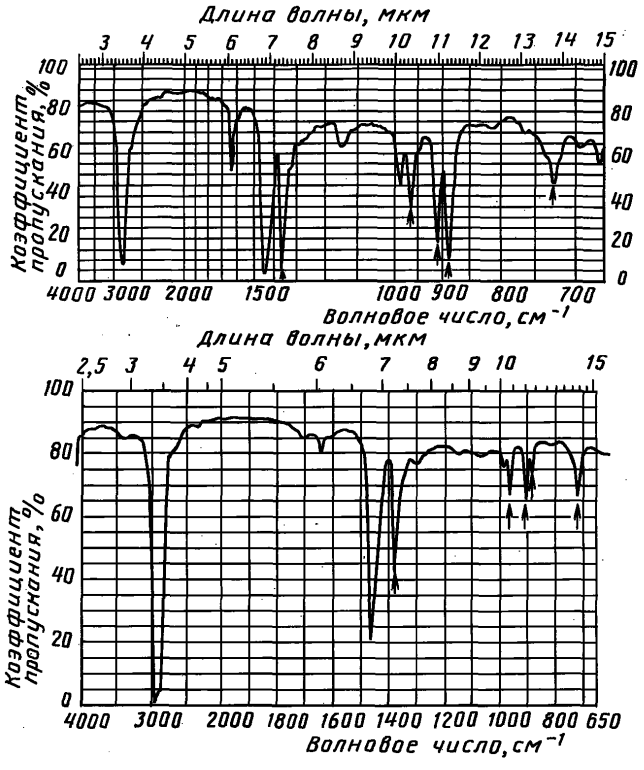
Черт. 12

Этиленпропиленовый каучук. Пиролизат каучука



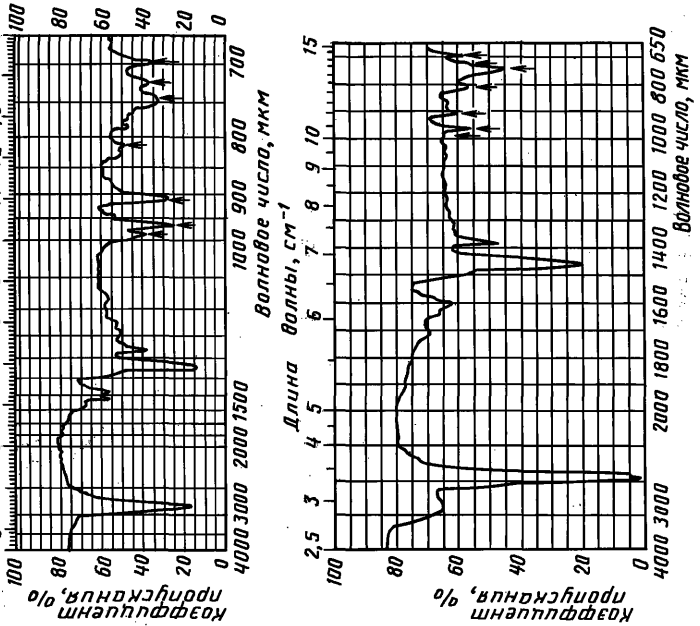
Черт. 14

Этиленпропиленовый каучук. Пиролизат вулканизата



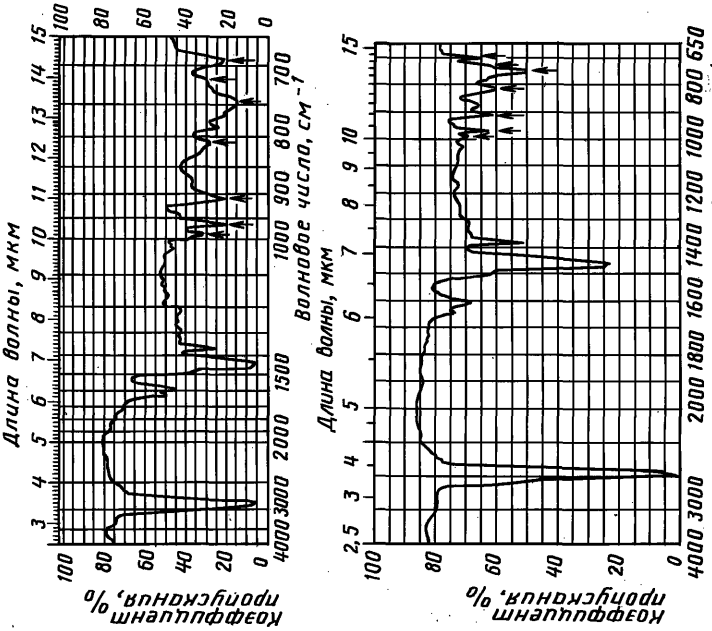
Черт. 15

Хлорсульфированный полиэтилен. Пиролизат вулканизата



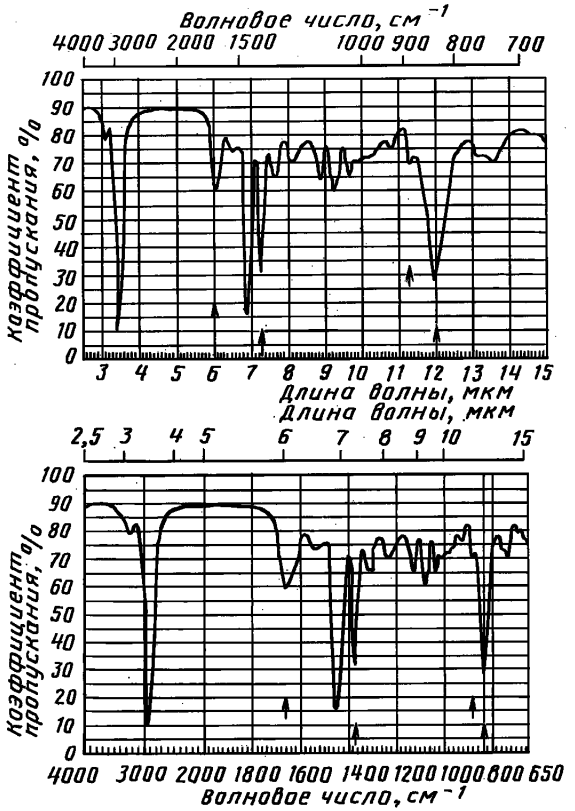
Черт. 17

Хлорсульфированный полиэтилен. Пиролизат каучука



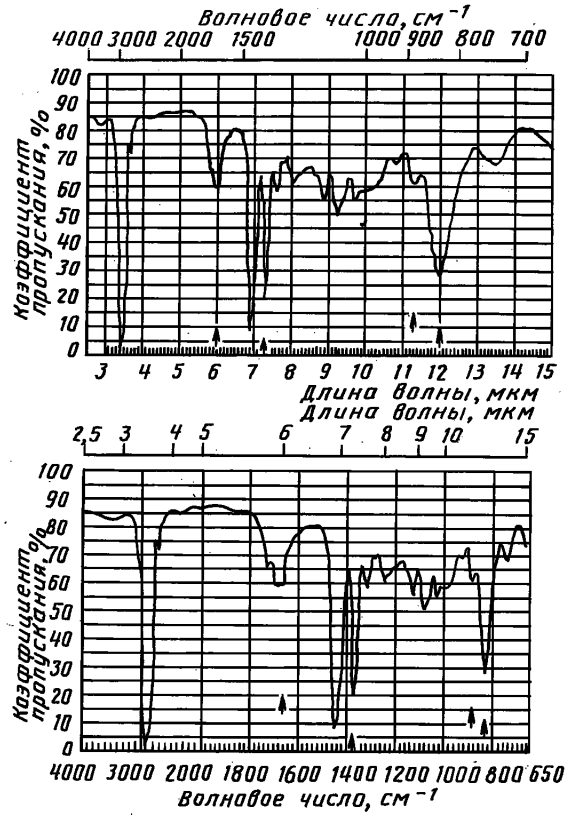
Черт. 16

Натуральный каучук. Пленка из каучука



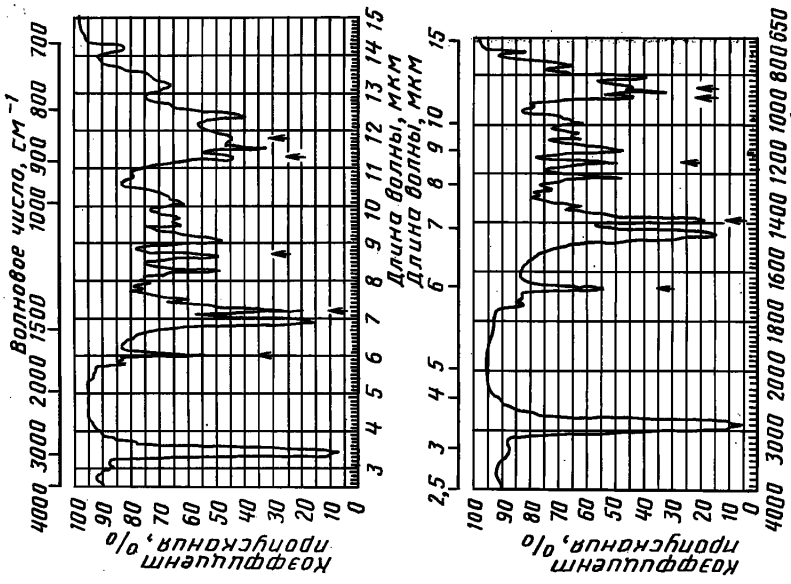
Черт. 18

Натуральный каучук. Пленка из вулканизата



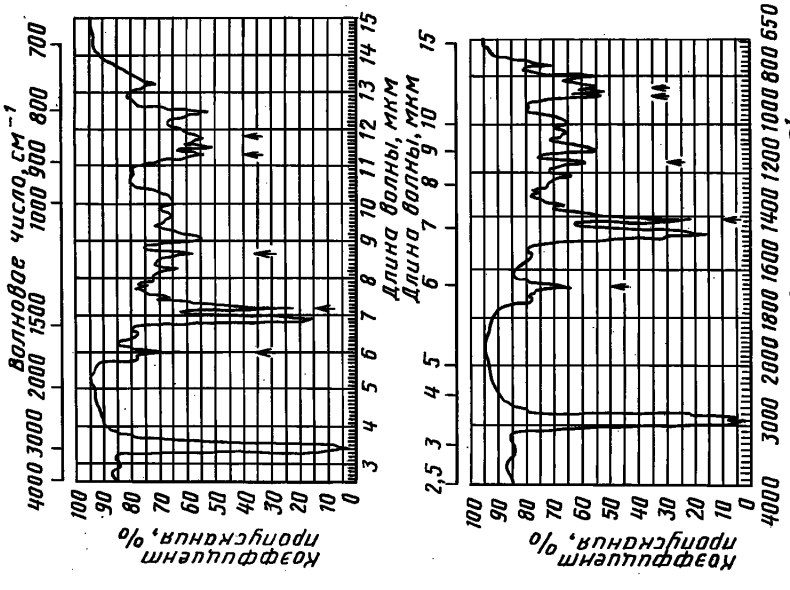
Черт. 19

Гуттаперча. Пленка из каучука



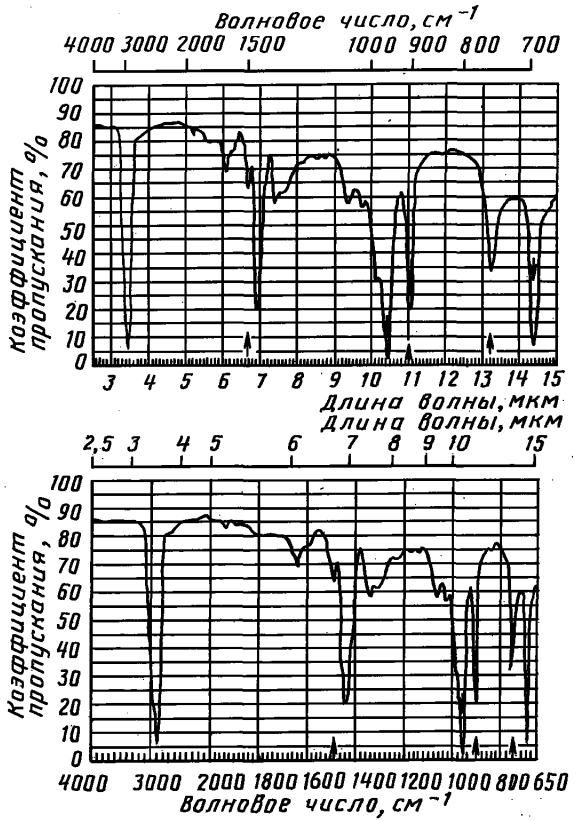
Черт. 20

Гуттаперча. Пленка из вулканизата



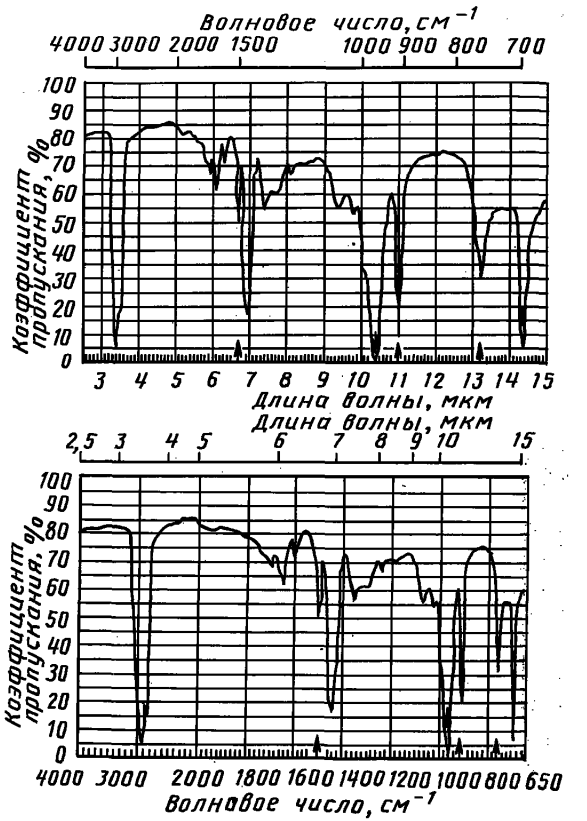
Черт. 21

Бутадиен-стирольный каучук. Пленка из каучука



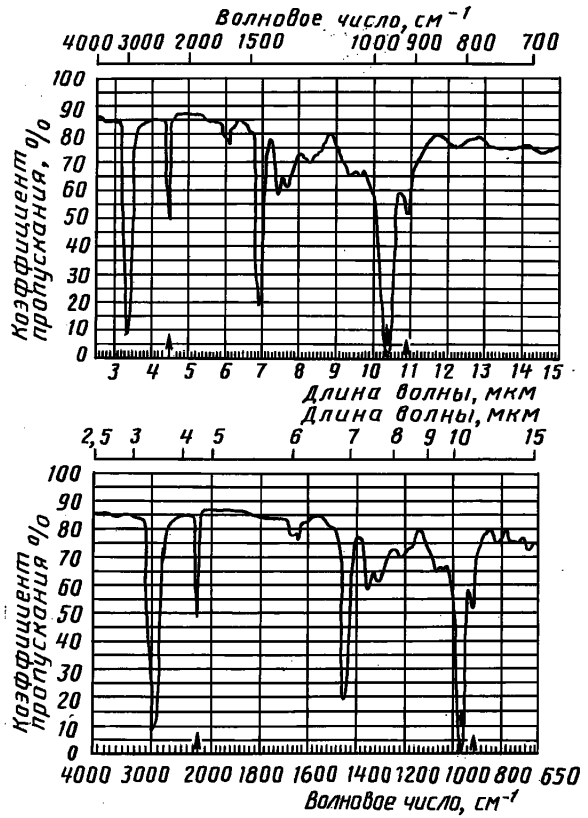
Черт. 22

Бутадиен-стирольный каучук. Пленка из вулканизата



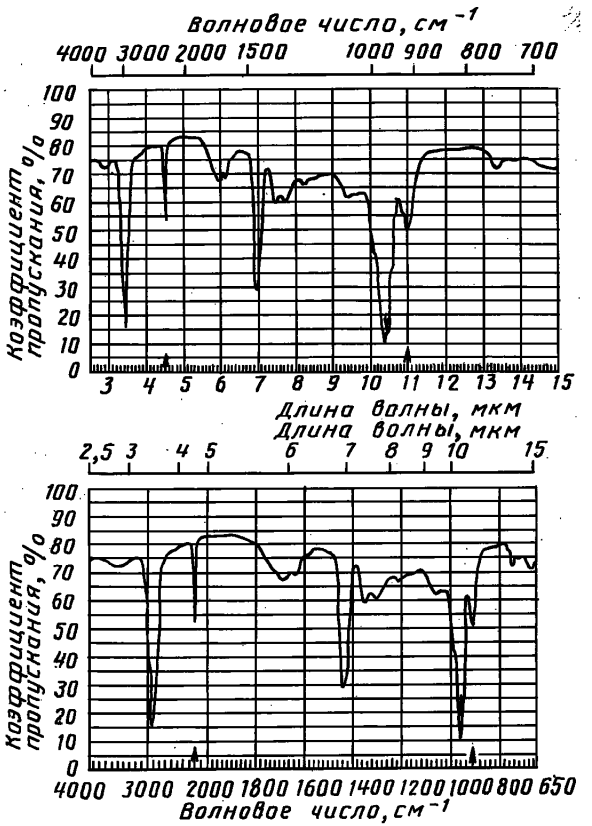
Черт. 23

Нитрильный каучук. Пленка из каучука



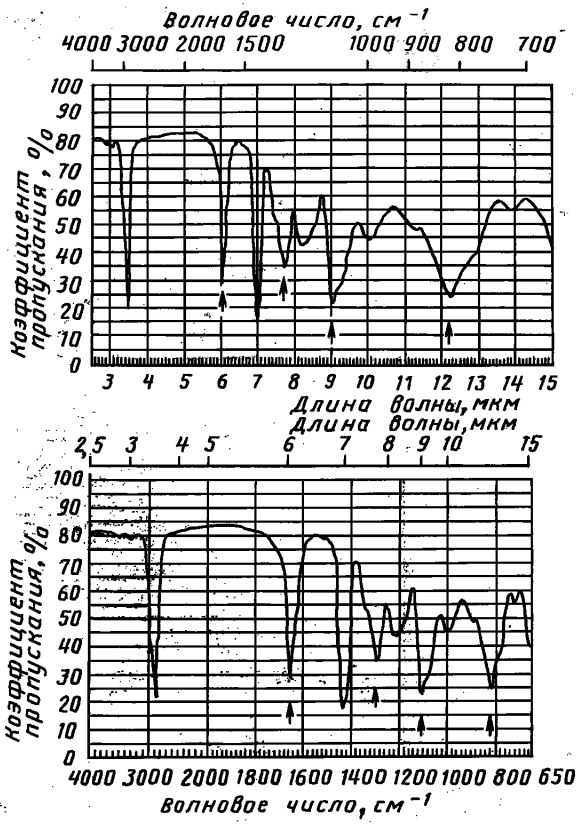
Черт. 24

Нитрильный каучук. Пленка из вулканизата



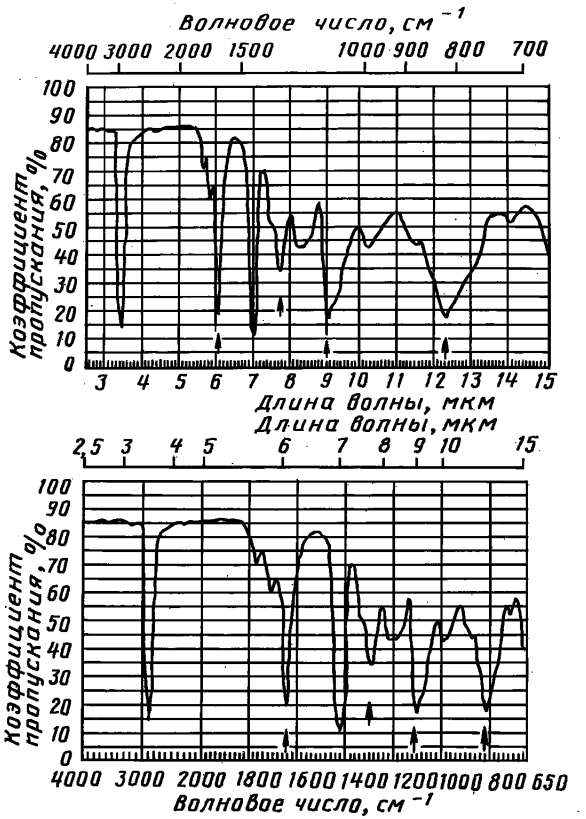
Черт. 25

Хлоропреновый каучук. Пленка из каучука



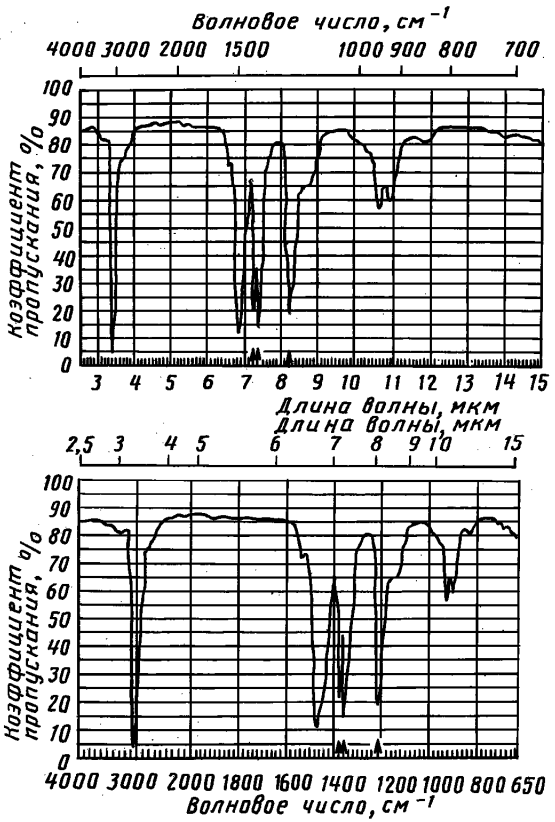
Черт. 26

Хлоропреновый каучук. Пленка из вулканизата



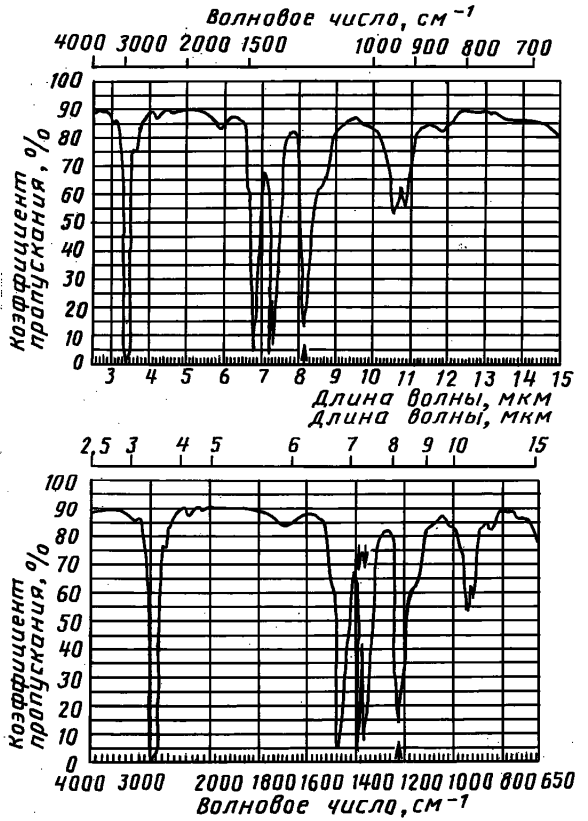
Черт. 27

Изобутен-изопреновый каучук. Пленка из каучука



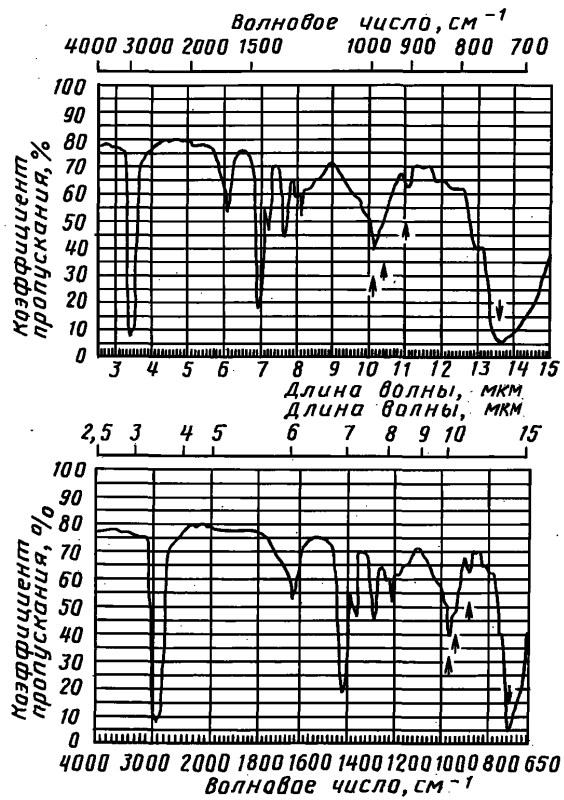
Черт. 28

Изобутен-изопреновый каучук. Пленка из вулканизата



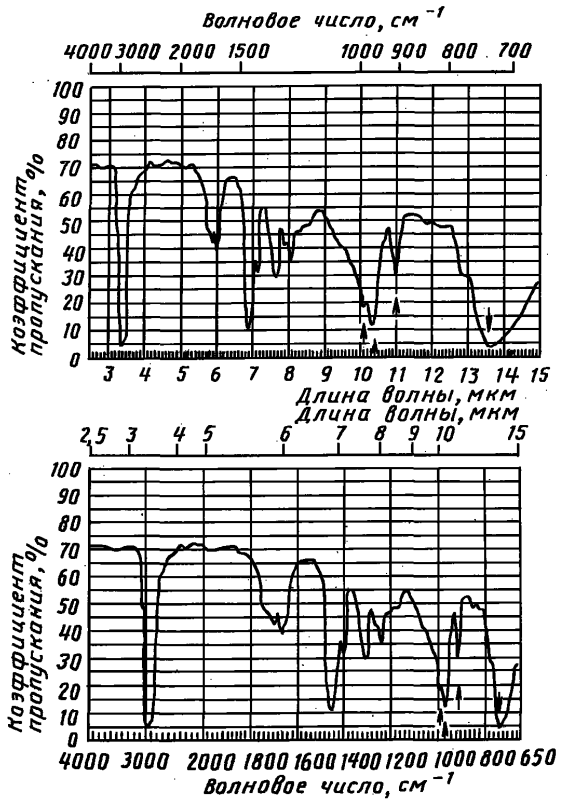
Черт. 29

Бутадиеновый каучук. Пленка из каучука



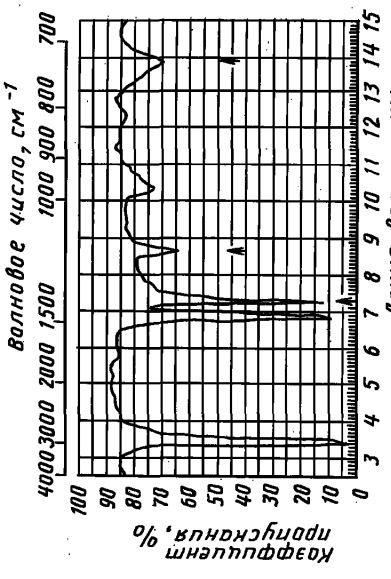
Черт. 30

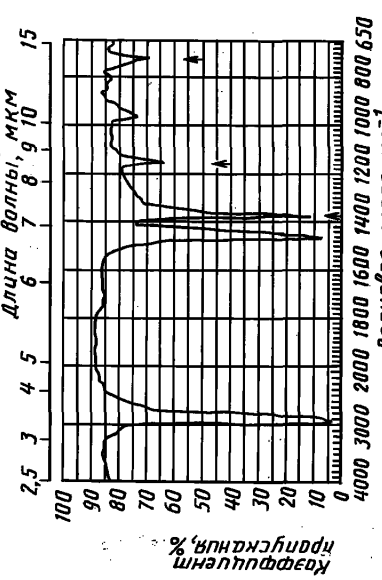
Бутадиеновый каучук. Пленка из вулканизата



Черт. 31

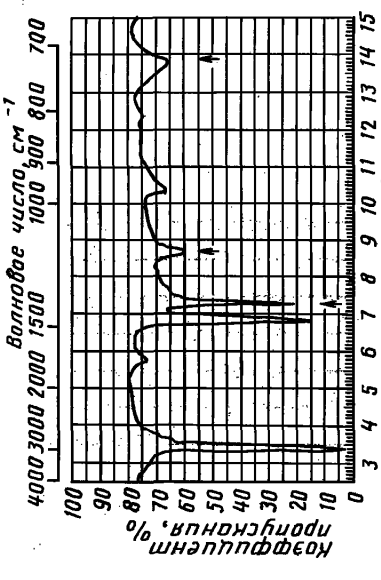
Этиленпропиленовый каучук. Пленка из вулканизата

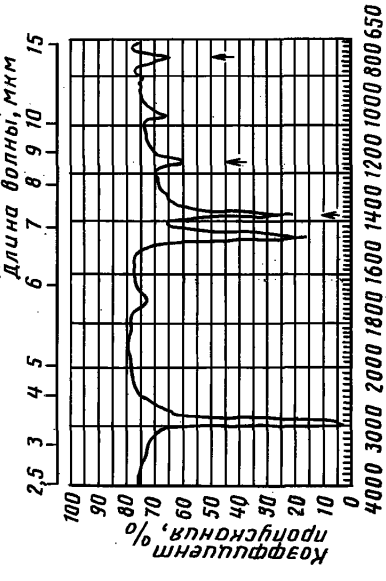




Черт. 33

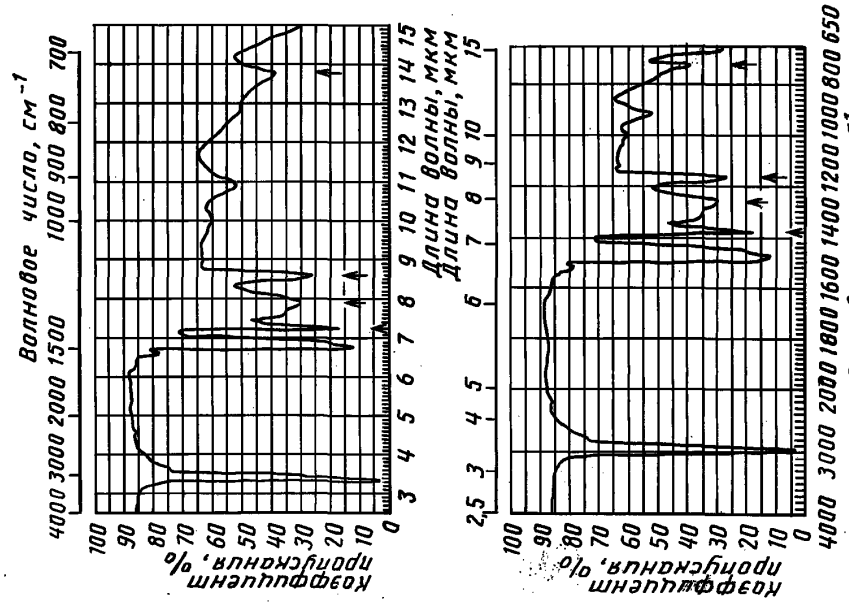
Этиленпропиленовый каучук. Пленка из каучука





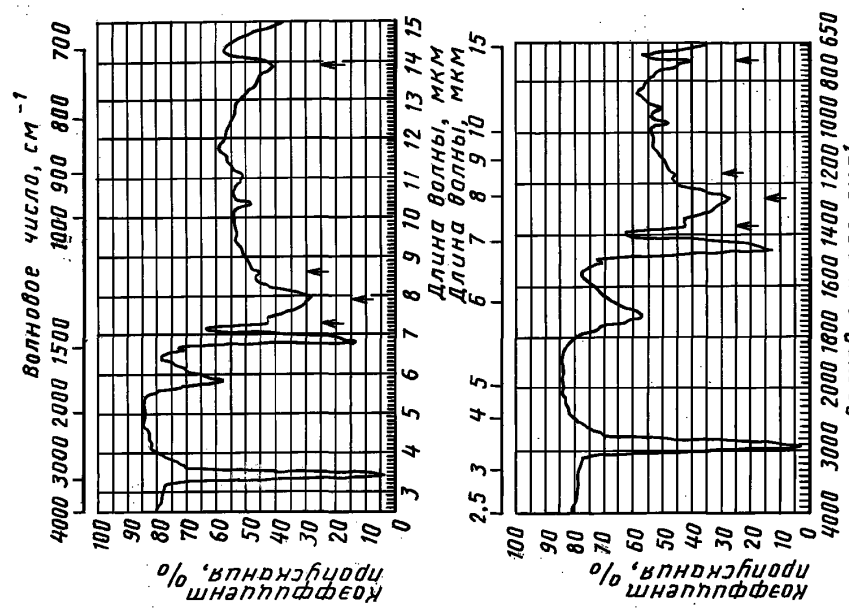
Черт. 32

Хлорсульфированный полиэтилен. Пленка из каучука



Черт. 34

Хлорсульфированный полиэтилен. Пленка из вулканизата



Черт. 35

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР**

2. **Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 19.09.90 № 2535 введен в действие ГОСТ 28665—90, в качестве которого непосредственно применен международный стандарт ИСО 4650—84**

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение межгосударственного стандарта	Обозначение соответствующего нормативно-технического документа, на который дана ссылка	Раздел, в котором приведена ссылка
ИСО 1407—76	ГОСТ 24919—91	3

4. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2005 г.**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Сдано в набор 06.07.2005. Подписано в печать 08.08.2005. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 3,50. Тираж 70 экз. Зак. 530. С 1610.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ»
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru