ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ДИФЕНИЛ-*п*-ФЕНИЛЕНДИАМИНА

ГОСТ 24655—89

Издание официальное

БЗ 10—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.7.001.4:006.354 Группа Л69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Методы определения массовой доли дифенил-*п*-фенилендиамина

ГОСТ 24655—89

Synthetic rubbers. Methods for determination of diphenyl-*n*-phenylendiamine fraction of total mass

ОКСТУ 2294

Дата введения 01.06.90

Настоящий стандарт распространяется на синтетические каучуки, заправленные стабилизатором дифенил-*п*-фенилендиамином, и устанавливает методы определения его массовой доли:

в экстракте каучука — метод А;

в растворе каучука — метод Б.

Метод заключается в колориметрировании окрашенного азосоединения, образующегося при взаимодействии дифенил-*п*-фенилендиамина с окисляющим реактивом.

1. МЕТОД А

1.1. Отбор проб

Отбор проб проводят по ГОСТ 27109, если в нормативно-технической документации на конкретные виды каучука не указан другой способ.

1.2. Аппаратура и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания свыше 200 до 500 г.

Баня песчаная или водяная.

Эксикатор 1—140 (190) по ГОСТ 25336.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Переиздание с изменениями

Воронка Бюхнера 1 (2) по ГОСТ 9147.

Колба 1—100 (250) по ГОСТ 25336.

Бюретка 6—2—5 или 7—2—5 по ГОСТ 29251.

Стакан Н-1—100 ТХС и В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба К-1—50(100) или Кн-1—50(100) ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-1(2) ХС или ХШ-1(2) ХС по ГОСТ 25336 или воздушный холодильник с взаимозаменяемыми конусами длиной 100 см и диаметром 15—20 мм.

Колбы 2—25—2, 2—50—2, 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4—2—1, 4—2—2, 7—2—5, 7—2—10 и 2—2—20 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—25 или 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Толуол по ГОСТ 5789.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и раствор концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Медь (II) уксуснокислая по ГОСТ 5852.

Дифенил-*п*-фенилендиамин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Подготовка к испытанию

1.3.1. *Приготовление очищенного дифенил-п-фенилендиамина*

(5±0,1) г дифенил-*п*-фенилендиамина, взвешенного на весах 4-го класса, помещают в плоскодонную колбу вместимостью 50 см^3 и наливают 30 см^3 толуола. Затем плоскодонную колбу присоединяют к холодильнику и нагревают ее содержимое на водяной бане до полного растворения дифенил-*п*-фенилендиамина. Полученный горячий раствор фильтруют под вакуумом через воронку Бюхнера в склянку Бунзена. Из склянки Бунзена раствор переносят в химический стакан, помещенный в холодную воду.

После выпадения осадка содержимое стакана снова переносят в воронку Бюхнера, стакан и осадок промывают 3—4 раза этиловым спиртом порциями по 15 см^3. Осадок дифенил-*п*-фенилендиамина переносят на фильтровальную бумагу и сушат в вакуум-эксикаторе

до постоянной массы таким образом, чтобы расхождения результатов двух последовательных взвешиваний не превышали 0,0004 г.

1.3.2. *Приготовление спирто-толуольной смеси*

Смешивают этиловый спирт и толуол в соотношении 70 : 30 (по объему).

1.3.3. *Приготовление стандартного раствора дифенил-п-фенилендиамина*

0,025 г очищенного дифенил-*п*-фенилендиамина, приготовленного в соответствии с п. 1.3.1 и взвешенного на весах 2-го класса, растворяют в спирто-толуольной смеси в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$.

1 $см^3$ приготовленного раствора содержит 0,0001 г дифенил-*п*-фенилендиамина.

1.3.4. *Приготовление окисляющего реактива*

0,50 г уксуснокислой меди и 4,66 г хлористого калия, взвешенных на весах 2-го класса, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,5 моль/$дм^3$ и 250 $см^3$ дистиллированной воды. Содержимое колбы перемешивают. Небольшими порциями, медленно доливают до метки этиловым спиртом при сильном перемешивании. Полученный раствор должен быть прозрачным.

Примечание. Если при добавлении этилового спирта раствор становится мутным, добавляют по каплям раствор соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,5 моль/$дм^3$ до получения прозрачного раствора.

Раствор хранят в склянке из темного стекла. При помутнении окисляющего реактива его готовят заново.

1.3.5. *Построение градуировочного графика при определении массовой доли дифенил-п-фенилендиамина в экстракте каучука*

В мерные колбы вместимостью 25 $см^3$ отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 и 4,0 $см^3$ стандартного раствора дифенил-*п*-фенилендиамина, 5 $см^3$ окисляющего реактива и доливают до метки спирто-толуольной смесью.

После тщательного перемешивания содержимое колбы колориметрируют. Оптическую плотность растворов измеряют в кюветах с толщиной поглощающего слоя жидкости 30 мм на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны (440±10) или (410±10) нм.

В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

Градуировочный график строят в системе координат, откладывая по оси абсцисс количество дифенил-*п*-фенилендиамина, содержащееся в каждом из растворов в граммах, а по оси ординат — соответствующее ему значение оптической плотности.

График проверяют каждые 3 месяца.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.4. Проведение испытания

1.4.1. *Определение массовой доли дифенил-п-фенилендиамина в экстракте каучука*

1.4.1.1. *Приготовление экстракта*

1 г свежевальцованной мелконарезанной пробы каучука, взвешенной на весах 2-го класса, помещают в колбу вместимостью 50—100 см^3 и добавляют 30 см^3 спирто-толуольной смеси. Плоскодонную колбу присоединяют к холодильнику и кипятят ее содержимое на водяной бане в течение 30 мин. Затем колбу отсоединяют от холодильника и экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

Экстрагирование пробы в колбе проводят еще дважды 30 см^3 спирто-толуольной смеси, сливая экстракты в ту же мерную колбу. Продолжительность каждого экстрагирования должна составлять 30 мин. Затем пробу каучука промывают дважды порциями по 5 см^3 спирто-толуольной смеси и сливают в ту же мерную колбу, доводя таким образом объем раствора в колбе до метки.

Колбу закрывают притертой пробкой и содержимое в ней хорошо перемешивают.

1.4.1.2. *Определение массовой доли стабилизатора*

Экстракт каучука, приготовленный в соответствии с п. 1.4.1.1, объемом 2—10 см^3 для каучука, не наполненного маслом, или 2—5 см^3 для маслонаполненного каучука переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, добавляют 5 см^3 окисляющего реактива и доливают до метки спирто-толуольной смесью. Колбу закрывают пробкой, тщательно перемешивают ее содержимое и колориметрируют в условиях, указанных в п. 1.3.5.

В качестве раствора сравнения используют экстракт каучука, разбавленный спирто-толуольной смесью в том же соотношении, что и при получении окрашенного раствора.

1.5. Обработка результатов

1.5.1. Массовую долю дифенил-*п*-фенилендиамина при определении в экстракте каучука (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где m_1 — масса дифенил-*n*-фенилендиамина, найденная по градуировочному графику, г;

100 — объем экстракта каучука, $см^3$;

m — масса пробы каучука, взятой для определения, г;

V — объем экстракта каучука, взятый на испытание, $см^3$.

Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 15 % найденного среднего арифметического.

2. МЕТОД Б

2.1. Отбор проб

Пробы отбирают, как указано в п. 1.1.

2.2. Аппаратура и реактивы — в соответствии с п. 1.2 со следующими дополнениями:

аппарат для встряхивания жидкостей в сосудах;

воронка ВД-1(3)—250 ХС по ГОСТ 25336;

колба Кн-1—100 ТС по ГОСТ 25336;

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Приготовление стандартного раствора дифенил-*n*-фенилендиамина — в соответствии с п. 1.3.3.

2.3.2. Приготовление окисляющего реактива — в соответствии с п. 1.3.4.

2.3.3. *Построение градуировочного графика при определении дифенил-n-фенилендиамина в растворе каучука*

В делительные воронки вместимостью 250 $см^3$, содержащие по 10 $см^3$ этилового спирта и 15 $см^3$ четыреххлористого углерода, наливают из микробюретки 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 и 4,0 $см^3$ стандартного раствора дифенил-*n*-фенилендиамина, по 5 $см^3$ окисляющего реактива и перемешивают в течение 30 с. Делительные воронки оставляют стоять 5 мин. Затем в каждую из делительных воронок наливают по 30 $см^3$ дистиллированной воды, встряхивают 60 с и после полного расслоения сливают окрашенный нижний слой в мерные колбы вместимостью 25 $см^3$.

В мерные колбы наливают по 5 $см^3$ этилового спирта, затем доливают до метки четыреххлористым углеродом, закрывают притертыми пробками и хорошо перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют в кюветах с толщиной поглощающего слоя жидкости 30 мм на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны (440±10) или (410±10) нм.

Градуировочный график строят в системе координат, откладывая по оси абсцисс массу дифенил-*п*-фенилендиамина, содержащуюся в каждом из растворов в граммах, а по оси ординат — соответствующее ей значение оптической плотности. В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

График проверяют каждые 3 месяца.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Проведение испытания

2.4.1. *Приготовление раствора каучука*

0,2 г свежевальцованной мелконарезанной пробы каучука, взвешенной на весах 2-го класса, или такое же количество низковязкого полимера помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3. Затем в колбу вливают пипеткой 20 см^3 четыреххлористого углерода или толуола, закрывают притертой пробкой, помещают в аппарат для встряхивания до полного растворения пробы каучука.

2.4.2. *Определение содержания стабилизатора*

В делительную воронку, содержащую 10 см^3 этилового спирта и 15 см^3 четыреххлористого углерода, наливают пипеткой 2 см^3 раствора каучука, приготовленного в соответствии с п. 2.4.1, 5 см^3 окисляющего реактива и содержимое колбы перемешивают 30 с. Делительные воронки оставляют на 5 мин. Затем в делительную воронку наливают 30 см^3 дистиллированной воды, встряхивают 60 с, после полного расслоения сливают окрашенный нижний слой в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и туда же добавляют 5 см^3 этилового спирта. Затем в колбу доливают до метки четыреххлористый углерод, закрывают притертой пробкой, хорошо перемешивают содержимое и колориметрируют в условиях, указанных в п. 1.3.5.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, который готовят, как указано выше (включая введение аликвоты раствора каучука), но вместо окисляющего реактива вводят 5 см^3 этилового спирта.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю дифенил-*п*-фенилендиамина при определении в растворе каучука (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 20 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где V — объем раствора, взятый на испытание, $см^3$;

m_1 — масса дифенил-*n*-фенилендиамина, найденная по градуировочному графику, г;

20 — объем раствора, $см^3$;

m — масса пробы каучука, взятая для определения, г.

Расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 15 % от найденного среднего арифметического.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

В.А. Кормер (руководитель темы); **Б.Г. Бабурин; Ю.Г. Камерев; Т.В. Быстрова; В.В. Колмакова; М.Н. Берман**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.06.89 № 1800**

Срок первой проверки — 1995 г.,
периодичность проверки — 10 лет

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6221—88**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 24655—81**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1.2
ГОСТ 3118—77	1.2
ГОСТ 4234—77	1.2
ГОСТ 5789—78	1.2
ГОСТ 5852—79	1.2
ГОСТ 6709—72	1.2
ГОСТ 9147—80	1.2
ГОСТ 12026—76	1.2
ГОСТ 17299—78	1.2
ГОСТ 18300—87	1.2
ГОСТ 20288—74	2.2
ГОСТ 24104—88	1.2
ГОСТ 25336—82	1.2; 2.2
ГОСТ 27109—86	1.1
ГОСТ 29251—91	1.2

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 21.04.92 № 426

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1996 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1992 г. (ИУС 7—92)

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 16.01.97. Подписано в печать 03.02.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 142 экз. С97. Зак. 85.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.
gost.e-ecolog.ru