

**Изменение № 7 ГОСТ 14924—75 Каучук синтетический цис-бутадиеновый СКД.
Технические условия**

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21.10.94)

Дата введения 1995—09—01

За принятие проголосовали.

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика Республика Армения Республика Беларусь Республика Грузия Республика Казахстан Кыргызская Республика Республика Молдова Российская Федерация Республика Узбекистан Украина	Азгосстандарт Армгосстандарт Белстандарт Грузстандарт Госстандарт Республики Казахстан Кыргызстандарт Молдовастандарт Госстандарт России Узгосстандарт Госстандарт Украины

Вводная часть. Последний абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблица 1. Пункт 4 изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Значение для каучука				Метод испытания
	высшего сорта		первого сорта		
	марки I	марки II	марки I	марки II	
4. Массовая доля ангиоксидантов, %: агидола 2 марок А, Б, ВП или марки А или ВТС-150 или ВТС-60 или ацетонанила-Р или АО-300 (сумма алкилфенолов)		0,6—1,0			По п. 3.6

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.6.5, 3.6.6:

«3.6.5. *Определение массовой доли ацетонанила-Р*

3.6.5.1. *Аппаратура, посуда, реактивы*

Фотоэлектроколориметр любой марки.

(Продолжение см. с. 26)

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Баня песчаная или водяная.

Плитка электрическая.

Колбы мерные 2—25—2, 2—50—2, 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 1—2—1—5 по ГОСТ 29227—91.

Пипетки 1а—2—10 и 2—2—25 по ГОСТ 29169—91.

Цилиндры 1—25 и 1—1000 по ГОСТ 1770—74.

Колба К-1—50—29/32 ТС или 11—1—50—29/32 ТС, или Кн-1—50—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82 с пришлифованным воздушным холодильником, длиной 120 см и диаметром 10—12 мм.

Стакан В-1—250—ТС по ГОСТ 25336—82.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Толуол по ГОСТ 5789—78, ч. д. а.

Ацетонанил-Р по нормативной документации.

Натрий азотистокислый, по ГОСТ 4197—74, 0,1%-ный раствор.

п-нитроанилин, 0,2%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., концентрированная.

Вода дистиллированная.

3.6.5.2. Подготовка к испытанию

3.6.5.2.1. Приготовление 0,2%-ного раствора солянокислого п-нитроанилина

($2,0 \pm 0,1$) г п-нитроанилина помещают в стакан, наливают 20 см³ концентрированной соляной кислоты, нагревают до температуры 50—60 °С и тщательно растирают стеклянной палочкой образовавшиеся желтые кристаллы. Затем добавляют при постоянном перемешивании дистиллированную воду до полного растворения кристаллов. После этого полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и содержимое колбы доливают до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в темной склянке.

3.6.5.2.2. Приготовление раствора хлористого п-нитрозобензолдиазония

Перед испытанием 0,1%-ный раствор азотистокислого натрия смешивают с 0,2%-ным раствором солянокислого п-нитроанилина в соотношении 1:1 (по объему) в количестве, необходимом для проведения испытания.

3.6.5.2.3. Приготовление спирто-толуольной смеси

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

3.6.5.2.4. Приготовление стандартного раствора ацетонанила-Р

Стандартный раствор ацетонанила-Р в спирто-толуольной смеси готовят растворением ($0,0250 \pm 0,0005$) г продукта в мерной колбе вместимостью 250 см³. Полученный раствор А содержит 0,0001 г антиоксиданта в 1 см³.

Раствор А разбавляют спирто-толуольной смесью в два раза, для чего отбирают пипеткой 25 см³ раствора А, вливают их в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят объем жидкости в колбе до метки спирто-толуольной смесью. Разбавленный раствор Б содержит 0,0005 г антиоксиданта в 1 см³.

3.6.5.2.5. Построение градуировочного графика для ацетонанила-Р

В мерные колбы вместимостью 25 см³ наливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 см³ стандартного раствора антиоксиданта Б, 10 см³ этилового спирта и 2 см³ хлористого п-нитробензолдиазония, перемешивают и оставляют на 10 мин. Затем в

(Продолжение см. с. 27)

колбы наливают до метки этиловый спирт. После перемешивания полученные растворы колориметрируют на фотозлектроколориметре при длине волны $\lambda_{\text{макс}} = (440 \pm 10)$ нм в кювете с толщиной поглощающего слоя жидкости 30 мм.

В кюветы сравнения наливают дистиллированную воду.

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс массу ацетонанила-Р в граммах, содержащуюся во введенной аликвоте стандартного раствора, а по оси ординат — соответствующую ей оптическую плотность.

3.6.5.3. Проведение испытания

(0,10±0,01) г мелконарезанного каучука помещают в колбу вместимостью 50 см³ и наливают в нее 15 см³ спирто-толуольной смеси. Затем колбу присоединяют к холодильнику и кипятят ее содержимое на песчаной или водяной бане в течение 30 мин, после этого колбу отсоединяют от холодильника, а экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 50 см³. Экстрагирование проводят еще дважды 15 см³ спирто-толуольной смеси, сливая экстракты в ту же мерную колбу.

Продолжительность каждого экстрагирования 30 мин. Затем каучук в колбе промывают 5 см³ спирто-толуольной смеси, сливая ее в ту же мерную колбу и доводят объем раствора в колбе до метки спирто-толуольной смесью.

Колбу закрывают пробкой и раствор хорошо перемешивают.

2 см³ полученного раствора экстракта помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, добавляю 10 см³ этилового спирта и 2 см³ хлористого п-нитробензолдиазония. Содержимое колбы перемешивают и выдерживают 10 мин. Затем в колбу доливают до метки этиловый спирт и после перемешивания полученный раствор колориметрируют в условиях, указанных в п. 3.6.5.2.5.

3.6.5.4. Обработка результатов

Массовую долю ацетонанила-Р (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_a \cdot 25 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_a — масса антиоксиданта, определенная по градуировочному графику, г;

m — масса навески каучука;

25 — коэффициент разбавления.

Результаты определений округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,10 %.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

3.6.6. Определение массовой доли антиоксиданта АО-300

3.6.6.1. Аппаратура, посуда, реактивы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Спектрофотометр для измерений в ультрафиолетовой области спектра.

Колба Кн-1—100—29/32 ТС, 11—1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82 с пришлифованным воздушным холодильником (длина 1000 мм, диаметр 10—12 мм).

Колба 2—25—2, 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 1—2—1—5 по ГОСТ 29227—91.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74.

(Продолжение см. с. 28)

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Агидол-2 по нормативной документации, перекристаллизованный из гексана.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363—80.

3.6.6.2. Подготовка к испытанию

3.6.6.2.1. Перекристаллизация агидола-2

(5,0±0,1) г агидола-2 растворяют при нагревании в 60 см³ гексана и фильтруют горячий раствор через бумажный фильтр. После выпадения значительного количества кристаллов при постепенном охлаждении раствор охлаждают водой до завершения кристаллизации. Выпавшие кристаллы отделяют под вакуумом (на воронке Бюхнера), промывают небольшим количеством растворителя и сушат на воздухе. Выход около 50 %.

3.6.6.2.2. Приготовление спиртового раствора гидроксида калия

(6,0±0,1) г гидроксида калия растворяют в 100 см³ предварительно прокипяченного в течение 2 ч со щелочью и затем отогнанного спирта. Приготовленный раствор хранят в темноте. Срок годности раствора 1 мес.

3.6.6.2.3. Калибрование прибора

В пять мерных колб вместимостью 100 см³ берут навески агидола-2 0,01—0,02 г, растворяют в спирте, доводят объем до метки спиртом, перемешивают. Растворы разбавляют в 10 раз (5 см³ раствора доводят до метки спиртом в мерной колбе вместимостью 50 см³). В мерную колбу вместимостью 25 см³ вливают пипеткой 2,5 см³ спиртового раствора гидроксида калия и доливают до метки спиртовым раствором агидола-2 (щелочной раствор). В другую аналогичную колбу вливают 2,5 см³ спирта и доливают до метки тем же раствором агидола-2 (нейтральный раствор)

Щелочной раствор наливают в рабочую кювету с толщиной поглощающего свет слоя 1 см. В кювету сравнения наливают нейтральный раствор. Определяют оптическую плотность щелочного раствора по отношению к нейтральному при длинах волн 309 и 350 нм.

Для каждого раствора вычисляют коэффициент пропорциональности (K) между содержанием агидола-2 в растворе и оптической плотностью по формуле

$$K = \frac{m}{E_{309} - E_{350}},$$

где m — масса агидола-2 в растворе, г;

E_{309} и E_{350} — оптические плотности при длине волны 309 и 350 нм.

Для расчета коэффициента пропорциональности берут среднее арифметическое $K_{\text{ср}}$ результатов пяти полученных значений K , расхождение между максимальным и минимальным значением которых не должно превышать 0,005.

3.6.6.3. Проведение испытания

(2,00±0,01) г мелко нарезанного каучука помещают в колбу для экстрагирования и кипятят три раза в течение 30 мин на водяной бане с 30 см³ спирта, сливая экстракты в мерную колбу вместимостью 100 см³. После охлаждения раствор в колбе доводят до метки спиртом и перемешивают. Экстракт разбавляют спиртом в 10 раз (5 см³ экстракта доводят до метки спиртом в мерной колбе вместимостью 50 см³). Готовят щелочной и нейтральный растворы по п. 3.6.6.2.3, заменяя раствор

(Продолжение см. с. 29)

агидола-2 экстрактом. В тех же условиях измеряют разности оптических плотностей этих растворов.

3.6.6.4. *Обработка результатов*

Массовую долю антиоксиданта АО-300 в каучуке (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{\bar{2}} = \frac{(E_{309} - E_{350}) \cdot K_{\text{сп}} \cdot 100}{m} \cdot 1,57, \quad (2)$$

где m — масса каучука, взятая для анализа, г;

1,57 — поправочный коэффициент при определении АО-300.

(Продолжение см. с.30)

Результаты определений округляют до второго десятичного знака.

Два результата параллельных определений считают достоверными, если расхождение между ними не превышает 0,05 %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака».

Пункты 3.6.3.2, 3.6.3.3. Заменить слова: «в темном месте» на «при комнатной температуре».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.14: «3.14. При проведении испытаний по пп. 3.5. и 3.6 следует выполнять требования ГОСТ 27025—86».

Пункты 4.2.1, 4.2.4. Заменить ссылку: ГОСТ 2226—75 на ГОСТ 2226—88.

(ИУС № 7 1995 г.)