



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР

**КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ  
СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ**

**МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ**

**ГОСТ 19920.1-74—ГОСТ 19920.20-74**

**Издание официальное**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ  
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР  
Москва**

**РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским институтом  
синтетического каучука им. С. В. Лебедева (ВНИИСК)**

И. о. зам. директора по научной работе Кормер В. А.

Руководители темы: Кроль В. А., Исакова Н. А., Рейх В. Н., Риськин Р. П.

Исполнители: Динер Е. З., Храмченко Н. И., Миронова Н. М., Новикова Г. Е.

**ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимиче-  
ской промышленности СССР**

Зам. министра Парfenov М. П.

**ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследова-  
тельским институтом стандартизации (ВНИИС)**

Директор Гличев А. В.

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государствен-  
ного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 июля  
1974 г. № 1689**

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ  
БУТАДИЕНОВЫЕМетод определения содержания  
неозона Д и 2,6-дитретичнобутилфенолаStereoregular butadiene synthetic rubbers.  
The method for the determination of  
the content of neozone D and 2,6-di-tert-butylphenolГОСТ  
19920.11-74Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР  
от 16 июля 1974 г. № 1689 срок действия установленс 01.01. 1975 г.  
до 01.01. 1980 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на бутадиеновые стереорегулярные синтетические каучуки и устанавливает метод определения содержания неозона Д и 2,6-дитретичнобутилфенола (2,6-ДТБФ) в них.

Сущность метода заключается в экстрагировании антиоксидантов из каучука ацетоном с последующим определением в экстракте неозона Д колориметрически по реакции с диазотированным *n*-нитроанилином и с 2,6-дитретичнобутилфенолом — хроматографически.

## 1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения содержания неозона Д и 2,6-дитретично-бутилфенола применяют:

хроматограф с пламенно-ионизационным детектором;

колонку длиной 1 м, диаметром 3 мм, заполненную 10% по массе апизона М или Л на целике 545 (80—100 меш.).

(Применение ИНЗ-600 или ТНД-ТС-М в качестве твердых носителей не рекомендуется из-за значительной адсорбции антиоксидантов на них);

установку для экстрагирования, состоящую из обратного ходильника, колбы вместимостью 50 мл (все соединения должны быть на шлифах) и водяной бани;

фотоэлектроколориметры типа ФЭКМ-56 или ФЭКМ-57;

микрошприц вместимостью 10 мкл, типа «Шэндон» или Дзержинского филиала ОКБА;

лупу измерительную, с ценой деления 0,1 мм;  
 ацетон по ГОСТ 2603—71;  
 спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72;  
 гептан нормальный по ГОСТ 4375—48;  
 2,6-дитретичнобутилфенол очищенный;  
 натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—66, 0,1%-ный раствор;  
*n*-нитроанилин, реактив;  
 кислоту соляную по ГОСТ 3118—67, концентрированную;  
 неозон Д по ГОСТ 39—66, очищенный.

## 2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

- 2.1. Приготовление 0,2%-ного раствора солянокислого *n*-нитроанилина по ГОСТ 19920.8—74.
- 2.2. Приготовление раствора хлористого *n*-нитробензолдiazония по ГОСТ 19920.8—74.
- 2.3. Приготовление очищенного неозона Д по ГОСТ 19920.8—74.
- 2.4. Приготовление очищенного 2,6-дитретично-бутилфенола.

В конической колбе вместимостью 50 мл готовят около 10 мл насыщенного спиртового раствора 2,6-дитретичнобутилфенола. Раствор помещают в чашку Петри для испарения спирта. После выпадения кристаллов маточный раствор сливают. Операцию повторяют дважды. Из выпавших кристаллов готовят насыщенный раствор 2,6-дитретичнобутилфенола в приблизительно 10 мл гептана. Раствор снова помещают в чашку Петри для испарения гептана. Полученные кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера с помощью водоструйного насоса и высушивают на воронке в течение 15—20 мин.

Для контроля чистоты 2,6-ДТБФ определяют его температуру плавления, которая должна быть  $35,5 \pm 2^\circ\text{C}$ .

- 2.5. Приготовление контрольного раствора неозона Д по ГОСТ 19920.8—74.
- 2.6. Построение градуировочного графика для определения содержания неозона Д по ГОСТ 19920.8—74.

### 2.7. Режим работы хроматографа

Температура колонки, $^\circ\text{C}$ . . . . .	150
Температура испарителя, $^\circ\text{C}$ . . . . .	230
последнюю необходимо поддерживать строго	
постоянной	
Расходы газов: азота . . . 50 делений по образцовому	
манометру (или 100 мл/мин при $22 \pm 2^\circ\text{C}$ на выходе	
хроматографической колонки)	
водорода, мл/мин . . . . .	40—50

воздуха, мл/мин . . . . .	300
Входное сопротивление усилителя . . . . .	$10^8$ см, масштаб чувствительности 10.
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч . . . . .	360
Величина пробы на анализ, мкл . . . . .	1

## 2.8. Построение градуировочного графика для определения содержания 2,6-дитретичнобутилфенола

Количественный анализ осуществляют методом абсолютной градуировки. Градуировочный график строят по результатам анализа искусственных смесей, составленных из ацетона и 2,6-дитретичнобутилфенола (последний в пределах концентрации 0,01—0,001% по массе). Смесь готовят методом разбавления по массе. Взвешивание производят с погрешностью не более 0,0002 г. Затем смесь в количестве 1 мкл вводят микрошиприцем в хроматографическую колонку и снимают не менее трех хроматограмм. На последних замеряют площади пиков 2,6-дитретичнобутилфенола как произведение высоты пика на его полуширину — ширину на середине высоты.

Градуировочный график строят в координатах: площадь пика —  $\text{мм}^2$ , проценты — по массе антиоксиданта.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

### 3.1. Приготовление ацетонового экстракта

Около 1 г мелконарезанного каучука, взятого от средней пробы и взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу вместимостью 50 мл со шлифом, приливают 20 мл ацетона, присоединяют к обратному холодильнику и помещают на 30 мин в кипящую водяную баню. Затем экстракт сливают в медную колбу вместимостью 50 мл и повторяют экстрагирование той же навески каучука еще в течение 30 мин в новой порции (20 мл) ацетона. Повторный экстракт сливают в ту же мерную колбу. Небольшим количеством ацетона споласкивают содержимое колбы с каучуком, ацетон сливают в мерную колбу. По достижении комнатной температуры уровень в колбе доводят до метки ацетоном и тщательно перемешивают.

### 3.2. Определение содержания антиоксиданта 2,6-дитретичнобутилфенола

1 мкл экстракта вводят в хроматографическую колонку. Снимают не менее 2—3 хроматограмм, на которых замеряют площади пиков 2,6-дитретичнобутилфенола.

### 3.3. Определение содержания неозона Д

В мерную колбу вместимостью 50 мл вливают 1 мл экстракта, полученного по п. 3.1, и 20 мл этилового спирта, далее испытание проводят по ГОСТ 19920.9—74.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. По градуировочному графику находят содержание 2,6-дитретичнобутилфенола в экстракте в процентах.

Содержание 2,6-дитретичнобутилфенола в каучуке ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 39,6}{m},$$

где  $C$  — содержание 2,6-дитретичнобутилфенола, найденное по градуировочному графику, % по массе;

39,6 — масса 50 мл ацетона, г;

$m$  — масса навески каучука, г.

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

Чувствительность метода 0,02 абс. %.

4.2. Содержание неозона  $\Delta$  ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot 50 \cdot 100}{m},$$

где  $C$  — количество неозона  $\Delta$ , соответствующее показанию прибора, г;

$m$  — масса навески каучука, г;

50 — разбавление.

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

Чувствительность метода 0,05 абс. %.

## СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 19920. 1—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Отбор проб	1
ГОСТ 19920. 2—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения микроструктуры	3
ГОСТ 19920. 3—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения растворимости	7
ГОСТ 19920. 4—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения характеристической вязкости	9
ГОСТ 19920. 5—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения содержания меди и железа	13
ГОСТ 19920. 6—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения величины спиртотолуольного экстракта	18
ГОСТ 19920. 7—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения наличия включений нераство- римого полимера	20
ГОСТ 19920. 8—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения содержания неозона Д в са- жемасло- и маслонаполненных каучуках	21
ГОСТ 19920. 9—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения содержания неозона Д и дифенилпарафенилендиамина	24
ГОСТ 19920. 10—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения содержания неозона Д и продукта 4010 НА	29
ГОСТ 19920. 11—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения содержания неозона Д и 2,6-дитретичнобутилфенола	32
ГОСТ 19920. 12—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения содержания антиоксиданта 2246	36
ГОСТ 19920. 13—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения содержания наполнителей — сажи и масла МИНХ-1	39
ГОСТ 19920. 14—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения температуры стеклования	42
ГОСТ 19920. 15—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения способности к кристаллизации	44
ГОСТ 19920. 16—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения вязкости по Муни	51
ГОСТ 19920. 17—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения пластичности и жесткости	53
ГОСТ 19920. 18—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Метод определения хладотекучести	55
ГОСТ 19920. 19—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Методы определения вальцоваемости, вязкости по Муни и способности к преждевременной вулканизации резиновых смесей	57
ГОСТ 19920. 20—74	Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиено- вые. Методы испытаний вулканизаторов	62

Редактор *А. С. Пшеничная*

Технический редактор *А. М. Шкодина*

Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в набор 06. 08. 74 Подп. в печ. 20. 09. 74 4,0 п. л. Бум. тип. № 1 Тираж 10000