



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 нефтехимической промышленности СССР

Зам. министра Парfenov М. П.

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор Гличев А. В.

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 июля 1974 г. № 1689

**КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ
БУТАДИЕНОВЫЕ**

**Метод определения содержания
неозона Д и дифенилпарафенилендиамина**

Stereoregular butadiene synthetic rubbers.

The method for the determination of
the content of neozone D and diphenyl-p-phenylenediamine

**ГОСТ
19920.9—74**

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров ССРР
от 16 июля 1974 г. № 1689 срок действия установлен

с 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 дифенилпарафенилендиамина (ДФФД) в них.

Сущность метода заключается в экстрагировании антиоксидантов из каучука спиртотолуольной смесью с последующим колориметрическим определением в экстракте:

антиоксиданта ДФФД по реакции с раствором уксуснокислой меди и неозона Д по реакции с диазотированным *n*-нитроанилином.

При расчете содержания неозона Д учитывается поправка на содержание ДФФД, который с диазотированным *n*-нитроанилином также образует окрашенное соединение.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения содержания неозона Д и дифенилпарафенилендиамина применяют:

фотоэлектроколориметр;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72;

акетон по ГОСТ 2603—71;

толуол по ГОСТ 5789—69;

бензол по ГОСТ 5955—68;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—67, концентрированную и 0,5 н раствор;

n-нитроанилин реагент;

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—66, х. ч., 0,1%-ный раствор;

медь (II) уксуснокислую по ГОСТ 5852—70;

калий хлористый по ГОСТ 4234—69;

неозон Д по ГОСТ 39—66, очищенный;

дифенилпарафенилендиамин (ДФФД), очищенный;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

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*-нитробензолдиазотия по ГОСТ 19920.8—74.

2.3. Приготовление окисляющего реактива 0,50 г окисной уксуснокислой меди, 4,66 г хлористого калия, 10 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты и 250 мл воды помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл и медленно доливают до метки спиртом небольшими порциями при сильном перемешивании. Полученный раствор должен быть прозрачным.

2.4. Приготовление спиртотолуольной смеси Смешивают 70 объемов спирта с 30 объемами толуола.

2.5. Приготовление очищенного неозона Д по ГОСТ 19920.8—74.

2.6. Приготовление очищенного ДФФД

5 г ДФФД помещают в колбу с воздушным холодильником и растворяют в 30 мл бензола при нагревании на горячей водяной бане. Полученный горячий раствор фильтруют под вакуумом через воронку Бюхнера в склянку Бунзена. Из склянки Бунзена бензольный раствор ДФФД переводят в стакан, помещенный в холодную воду. После выпадения осадка содержимое стакана переводят опять в воронку Бюхнера, стакан и осадок промывают три-четыре раза этиловым спиртом порциями по 15 мл. Осадок ДФФД сушат на фильтровальной бумаге на воздухе.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Приготовление спиртотолуольного экстракта

1 г мелко нарезанного каучука, взятого из средней пробы и взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в круглодонную колбу, наливают в нее 30 мл спиртотолуольной смеси, присоединяют колбу к обратному холодильнику, нагревают на песчаной бане до кипения и кипятят 30 мин. Затем колбу охлаждают, отделяют от холодильника и экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 100 мл. В колбу для экстрагирования вновь

наливают 30 мл спиртотолуольной смеси и экстрагирование повторяют еще два раза, сливая каждый раз экстракт в ту же мерную колбу. Продолжительность каждого экстрагирования должна составлять 30 мин. Затем каучук дважды обмывают спиртотолуольной смесью порциями по 5 мл и сливают ее в ту же мерную колбу, доводят таким образом объем раствора в колбе до метки. Полученный раствор хорошо перемешивают.

3.2. Определение содержания антиоксиданта ДФФД

1 мл спиртотолуольного экстракта помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, доливают до метки окисляющим реагентом и колориметрируют в кювете с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 30 мм с синим светофильтром. В кюветы сравнения наливают дистиллированную воду. Если окраска раствора для колориметрирования окажется очень слабой, на определение берут 2 мл спиртотолуольного экстракта.

3.3. Определение содержания неозона Д

В мерную колбу вместимостью 50 мл вливают 1 мл спиртотолуольного экстракта, 20 мл этилового спирта и 2 мл раствора хлористого *n*-нитробензолдиазония, колбе дают стоять 10 мин., а затем наливают в нее до метки этиловый спирт и после перемешивания полученный раствор колориметрируют на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя жидкости 30 мм с синим светофильтром (показание прибора a_2). В кюветы сравнения помещают дистиллированную воду.

3.4. Построение градуировочных графиков

Готовят контрольные растворы неозона Д в этиловом спирте и ДФФД в ацетоне растворением 0,025 г каждого очищенного продукта взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г. в 250 мл растворителя в мерной колбе вместимостью 250 мл. Полученные растворы содержат 0,0001 г вещества в 1 мл.

3.4.1. Построение градуировочных графиков для реакции взаимодействия с диазотированным *n*-нитроанилином

В мерные колбы вместимостью 50 мл вводят 0,5; 1,0; 1,5 мл и т. д. контрольного раствора неозона Д, 20 мл этилового спирта и 2 мл раствора хлористого *n*-нитробензолдиазония. Колбы оставляют стоять на 10 мин, а затем в них наливают до метки этиловый спирт. После перемешивания полученные растворы колориметрируют на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 30 мм и синим светофильтром. В кюветы сравнения помещают дистиллированную воду. Ставят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание неозона Д в граммах, на оси ординат — показания прибора (график 1).

Аналогичным образом получают градуировочный график для антиоксиданта ДФФД (график 2).

3.4.2. Построение градуировочного графика для реакции с окисляющим реагентом

В мерные колбы вместимостью 25 мл вливают 0,5; 1,0; 1,5 мл и т. д. контрольного раствора ДФФД и доливают до метки окисляющим реагентом. Затем содержимое колбы колориметрируют на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 30 мм и синим светофильтром. В кюветы сравнения помещают дистиллированную воду. Градуировочный график строят, откладывая на оси абсцисс содержание ДФФД в граммах, на оси ординат — показания прибора (график 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание антиоксиданта ДФФД (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{m},$$

где a — количество антиоксиданта ДФФД, соответствующее показанию прибора, г;

100 — разбавление пробы;

m — масса навески каучука, г.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,04 абс. %.

Чувствительность метода 0,04 абс. %.

4.2. Содержание неозона Д (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{\delta \cdot 100 \cdot 100}{m},$$

где δ — количество неозона Д, соответствующее показанию прибора (a_3) по графику 1, г. Показание прибора (a_3) вычисляют по разности между показанием прибора при колориметрировании пробы (a_2) и показанием прибора (a_1), соответствующим найденной концентрации антиоксиданта ДФФД по графику 2.

Если применяемый для анализа этиловый спирт дает окраску с хлористым *n*-нитробензодиазонием, то при работе по пп. 3.3 и 3.4.1 в кюветы сравнения следует наливать раствор контрольного опыта, проведенного с реагентами в условиях испытания.

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

Чувствительность метода 0,05 абс. %.

4.3. Пример расчета

При колориметрировании экстракта пробы после проведения реакции с раствором ацетата меди было получено показание прибора 0,064, что по графику 3 соответствует содержанию антиоксиданта ДФФД 0,40 %. При колориметрировании экстракта пробы после проведения реакции с диазотированным *n*-нитроанилином было получено показание прибора a_2 , равное 0,208, 0,40 % антиоксиданта ДФФД по графику 2 соответствует показанию прибора 0,085 (a_1).

Таким образом, содержание неозона Д соответствует разнице показаний:

$$a_3 = a_2 - a_1 = 0,208 - 0,085 = 0,123.$$

По графику 1 этому показанию соответствует содержание неозона Д, равное 0,00005 г, или в пересчете на навеску каучука — 0,50 % по массе.

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