

**КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ
БУТАДИЕНОВЫЕ****Метод определения способности к кристаллизации**Stereoregular butadiene synthetic rubbers.
Method for determination of
crystallizability**ГОСТ****19920.15—74**

www.rfta-gost.narod.ru

**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 16 июля 1974 г. № 1689 срок действия установлен****с 01.01.75
до 01.01.90****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на бутадиеновые стереорегулярные синтетические каучуки и устанавливает метод определения способности к кристаллизации.

Сущность метода заключается в определении кинетики кристаллизации при температуре минус 30°C, осуществляемой dilatометрическим методом, основанным на свойстве полимеров изменять плотность при образовании кристаллической фазы.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения способности к кристаллизации применяют: криостат любого типа, обеспечивающий температуру минус $(30 \pm 0,2)^\circ\text{C}$;

дилатометр с рабочим объемом 3—4 см³;

трубку капиллярную, внутренним диаметром приблизительно 1 мм, длиной 700 мм, присоединенную на шлифе к резервуару дилатометра (черт. 1);

насос форвакуумный любого типа;

спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78, подкрашенный чернилами любого цвета (рабочая жидкость).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

В резервуар предварительно взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г дилатометра плотно укладывают небольшими ку-

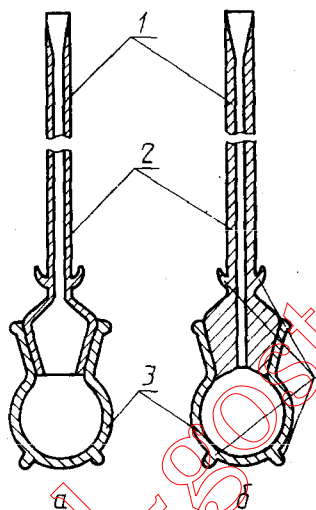
Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Декабрь 1988 г.



сочками каучук, взятый от средней пробы, и снова взвешивают с той же погрешностью.

Полимер должен быть без пор, при их наличии каучук предварительно прессуют под давлением 100—150 кгс/см² в плунжерной форме при (100±5)°С в течение 20 мин, после чего, не снимая давления, охлаждают до комнатной температуры. В заполненный резервуар вставляют капиллярную трубку, шлиф которой смазан вакуумной смазкой (типа Рамзая). Шлиф трубки следует хорошо притереть к резервуару dilatометра, после этого резервуар и капиллярную трубку надежно соединяют вместе, используя отростки, имеющиеся внизу резервуара и на конце капиллярной трубки. Dilатометр с капиллярной трубкой (б — для экспресс-метода).



1—верхняя расширенная часть капиллярной трубки; 2—капиллярная трубка; 3—резервуар dilatометра; 4—отростки.

Черт. 1

Заполнение dilatометра рабочей жидкостью может осуществляться двумя способами:

а) dilatометр вакуумируют в течение 10—15 мин при помощи форвакуумного насоса, после этого под вакуумом вводят в него рабочую жидкость.

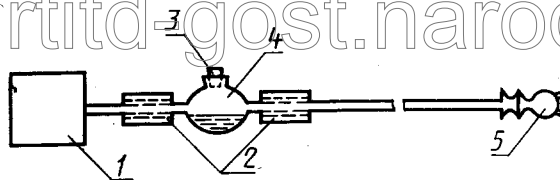
Схема устройства для заполнения dilatометра рабочей жидкостью представлена на черт. 2;

б) для экспресс-метода используют dilatометр (черт. 1б), конструкция которого позволяет исключить вакуумирование.

В этом случае дилатометр заполняют следующим образом: резервуар дилатометра с испытуемым полимером до краев заполняют рабочей жидкостью. Капиллярную трубку осторожно вставляют сверху, при этом жидкость поднимается по капилляру.

Схема устройства для заполнения дилатометра рабочей жидкостью

www.rtitd-gost.narod.ru



1—насос форвакуумный; 2—трубки резиновые; 3—пробка резиновая; 4—кювета с рабочей жидкостью; 5—дилатометр.

Черт. 2

В расширенную верхнюю часть капиллярной трубки доливают рабочую жидкость, после этого резервуар дилатометра нагревают на водяной бане до тех пор, пока жидкость в капилляре не соединится с жидкостью, находящейся в верхней части капилляра.

Перед началом опыта заполненный любым способом дилатометр прогревают при $(50—55)^\circ\text{C}$ в течение 30 мин для полного исключения кристаллической фазы в образце.

Для отсчета уровня рабочей жидкости на капиллярной трубке закрепляют подвижную линейку длиной 30 см с ценой деления 1 мм.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Дилатометр помещают в рабочую камеру криостата, в котором предварительно устанавливают температуру $30 \pm 0,2^\circ\text{C}$ и выдерживают при этой температуре в течение 5—10 мин. Подвижную линейку перемещают вдоль капилляра до совмещения нулевого деления с уровнем жидкости в капилляре. В ходе процесса кристаллизации уровень жидкости понижается. Через каждые 10 мм изменения уровня записывают время от начала нулевого отсчета уровня в минутах и его положение в миллиметрах до тех пор, пока уровень не перестанет изменяться.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Отношение уменьшения удельного объема (ΔV), происходящего в каучуках за счет кристаллизации, к первоначальному

С. 4 ГОСТ 19920.15—74

объему (V) при данной температуре в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{\pi \cdot d^2 \cdot \rho \cdot \Delta h \cdot 100}{4m[1 - \beta(20 - t_{\text{оп}})]}$$

где d — диаметр капилляра, мм;

ρ — плотность образца при комнатной температуре, равная для каучука СКД $0,91 \text{ г/см}^3$;

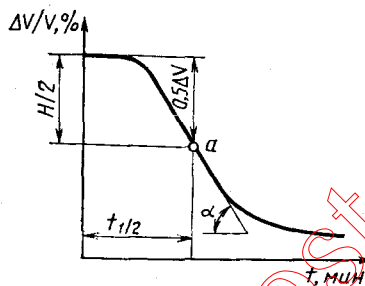
Δh — изменение высоты столба жидкости в капилляре, мм;

m — масса полимера, г;

β — температурный коэффициент объемного расширения образца для каучука СКД, равный $6,6 \cdot 10^{-4} \text{ град}^{-1}$;

$t_{\text{оп}}$ — температура, при которой проводят опыт (минус 30°C).

Откладывая вычисленные значения $\frac{\Delta V}{V}$ в процентах по оси ординат и время от начала нулевого отсчета уровня в мин по оси абсцисс, получаем кривую, общий вид которой приведен на черт. 3.



Черт. 3

Способность полимеров к кристаллизации характеризуется тремя величинами: максимальной скоростью (v) в процентах/час, полупериодом ($t^{1/2}$) в минутах и глубиной кристаллизации (H) в процентах.

Максимальная скорость кристаллизации определяется как $\text{tg } \alpha$ наклона касательной в точке перегиба кривой a (черт. 3). Отрезок времени, необходимый для достижения максимальной скорости кристаллизации, $t^{1/2}$ соответствует времени полупериода кристаллизации каучука при данной температуре.

За глубину кристаллизации принимают удвоенное значение изменения объема к моменту достижения максимальной скорости кристаллизации.

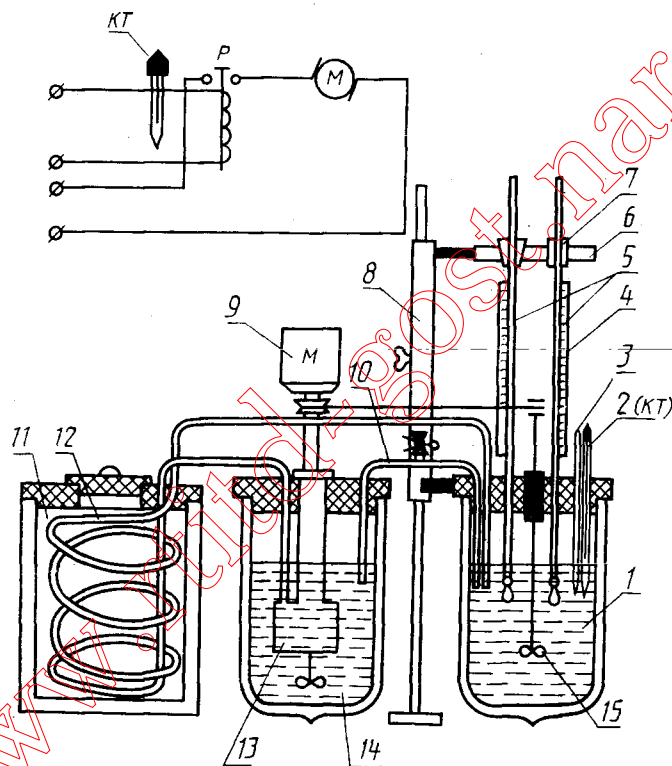
**ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ СХЕМА КРИСТАТА,
ПРИМЕНЯЕМАЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СПОСОБНОСТИ
КАУЧУКА К КРИСТАЛЛИЗАЦИИ**

Для определения способности каучука к кристаллизации рекомендуется использовать низкотемпературный криостат полуавтоматического действия, позволяющий вести длительные дилатоматические измерения одновременно для десяти образцов полимеров.

Температура в рабочей камере криостата регулируется с погрешностью не более $\pm 0,2^\circ\text{C}$ в пределах от минус 60 до плюс 20°C .

На чертеже представлены общая и электрическая схемы установки для определения способности каучука к кристаллизации.

Установка состоит из трех основных частей: рабочей камеры 1, вспомогательного сосуда 14 и холодильника 11.



Принцип действия прибора следующий: этиловый спирт, охлажденный в холодильнике при помощи насоса 13, находящегося во вспомогательном сосуде, перегоняется в рабочую камеру криостата, где помещаются резервуары дилатометров, заполненные исследуемым веществом. Дилатометры снабжены шкалами 4 и укреплены в пробках 7 на кронштейне 6, установленном на стойке 8.

Рабочая и вспомогательная камеры представляют собой цилиндрические сосуды Дьюара вместимостью около 3 л каждый. Рабочая камера закрывается текстолитовой пробкой, в которую вмонтирована мешалка 15, служащая для выравнивания температуры. В пробке имеется тринадцать отверстий; из них десять для дилатометров 5, два для контактного 2 и контрольного 3 термометров и одно для сифона 10.

Вспомогательный сосуд также закрыт текстолитовой пробкой, на которой закреплен центробежный насос 13. Холодильником прибора служит теплоизолированный медный сосуд вместимостью 6 л, внутри которого помещен медный змеевик. В холодильник, примерно на одну треть заполненный спиртом, загружается измельченная твердая углекислота в количестве 3—4 кг, которая хорошо смачивается спиртом. Такого запаса углекислоты достаточно на 8—9 ч непрерывной работы прибора. Рабочая и вспомогательная камеры, а также змеевик, заполнены этиловым спиртом.

В начале опыта контактный термометр устанавливается на нужную температуру, затем в электрическую цепь включается мотор 9, приводящий в действие насос и мешалку. Спирт, охлажденный в змеевике 12, начинает перекачиваться в рабочую камеру. Избыток спирта в камере 1 через сифон 10 передливается во вспомогательную камеру 14. Во время этого процесса при помощи мешалки 15, соединенной с мотором 9, происходит выравнивание температуры в рабочей камере.

По достижении в камере требуемой температуры электрическая цепь размыкается и с помощью реле Р выключается мотор, при этом насос и мешалка останавливаются.

Охлаждение рабочего резервуара от температуры плюс 20 до минус 60°C происходит приблизительно за 15 мин. Расход двуокиси углерода не превышает 9—10 кг в сутки при непрерывной эксплуатации прибора.

Изменение № 1 ГОСТ 19920.15—74 Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения способности к кристаллизации.

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 16.09.92 № 1194

Дата введения 01.01.93

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2209.

Пункт 1.1, Первый абзац. Заменить значение: $(30 \pm 0,2)$ °С на $(30,0 \pm 0,2)$ °С; дополнить абзацем: «весы лабораторные по ГОСТ 24104—88».

(Продолжение см. с. 148)

www.rtitd-gost.narod.ru 147

www.rtitd-gost.narod.ru

(Продолжение изменения к ГОСТ 19920.15—74)

Раздел 2. Первый абзац. Заменить слова: «взятый от средней пробы» на «взятый от объединенной пробы, приготовленной по п. 4.3 ГОСТ 27109—86».

Пункт 3.1. Заменить значение: $(30 \pm 0,2)^\circ\text{C}$ на $(30,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$.

Приложение. Второй абзац. Исключить слова: «не более»;

шестой абзац. Заменить значение: 3 л на 3 дм³.

(ИУС № 12 1992 г.)

148
www.rtitd-gost.narod.ru

www.rtitd-gost.narod.ru