

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ
БУТАДИЕНОВЫЕМетод определения массовой
доли агидола-2

ГОСТ

19920.12—74*

Stereoregular butadiene synthetic rubbers.
Method for determination of agidol-2 mass percentageПостановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 16 июля 1974 г. № 1689 срок действия установленс 01.01.75
до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на бутадиеновые стереорегулярные синтетические каучуки и устанавливает метод определения массовой доли агидола-2.

Сущность метода заключается в определении концентрации агидола-2 в спиртовом экстракте каучука по разности оптических плотностей «щелочного» и «нейтрального растворов» УФ-области спектра.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения массовой доли агидола-2 применяют: спектрофотометр для измерений в ультрафиолетовой области спектра;

агидол-2 перекристаллизованный из гексана;

калия гидроокись (калий едкое) по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор 60 г/дм³;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высший или первый сорт;

баню водяную.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (декабрь 1988 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1979 г., июне 1984 г. (ИУС 2—80, 9—84).



2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия

6,0 г гидроокиси калия растворяют в 100 см³ предварительно прокипяченного в течение 2 ч со щелочью, а затем отогнанного этилового спирта. Раствор хранят в темном месте. Срок годности раствора 1 мес.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Перекристаллизация агидола-2

5 г агидола растворяют при нагревании в 60 см³ гексана и фильтруют горячий раствор через бумажный фильтр. После выпадения при постепенном охлаждении значительного количества кристаллов раствор охлаждают водой для завершения кристаллизации. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают небольшим количеством растворителя и сушат на воздухе. Выход около 50%.

2.3. Градуировка

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая берут навески перекристаллизованного агидола от 0,01 до 0,02 г с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют их в спирте, доводят объем раствора до метки и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 25 см³ пипеткой наливают 2,5 см³ спиртовой гидроокиси калия и доливают до метки раствором агидола (щелочной раствор). В другую такую же колбу наливают 2,5 см³ спирта и доливают до метки тем же раствором агидола (нейтральный раствор).

Щелочной раствор наливают в рабочую кювету с толщиной поглощающего слоя 1,0 мм, а в аналогичную кювету сравнения наливают нейтральный раствор. При работе на спектрофотометре СФ-26, имеющем кювету с толщиной слоя 10 мм, при градуировке и проведении анализа все градуировочные растворы и экстракты предварительно разбавляют спиртом в соотношении 1:10, затем берут 5 см³ раствора или экстракта, доводят до метки спиртом в мерной колбе вместимостью 50 см³. Разность оптических плотностей этих растворов измеряют при 309 и 350 нм.

Для каждого раствора рассчитывают коэффициент пропорциональности (K) между содержанием агидола в растворе и разностью оптических плотностей по формуле

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

где ΔE_{309} и ΔE_{350} — разности оптических плотностей при 309 и 350 нм, соответственно;

m — навеска агидола, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое ($K_{\text{ср}}$) пяти полученных значений K , расхождение между наибольшим и наименьшим из которых не превышает 0,005.

2.2, 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Приготовление спиртового экстракта

2,00 г мелко нарезанного каучука, взятого из средней пробы и взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, помещают в круглодонную колбу вместимостью 100 см³, наливают в нее 30 см³ спирта и содержимое колбы нагревают с обратным холодильником на кипящей водяной бане в течение 30 мин. Колбу охлаждают, экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и кипячение с 30 см³ спирта в течение 30 мин повторяют еще два раза, сливая экстракт в ту же мерную колбу.

По охлаждению экстракт в колбе доводят до метки спиртом.

3.2. Определение массовой доли агидола

В мерную колбу вместимостью 25 см³ наливают градуированной пипеткой 2,5 см³ спиртового раствора гидроксида калия и объем доводят до метки спиртовым экстрактом (щелочной раствор). В другую такую же колбу наливают 2,5 см³ спирта и также доводят объем до метки экстрактом (нейтральный раствор). Затем в рабочую кювету с толщиной поглощающего свет слоя 1,0 мм наливают щелочной раствор, а в кювету сравнения — нейтральный раствор.

Измерение разности оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов проводят при 309 и 350 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю агидола-2 в каучуке (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = (\Delta E_{309} - \Delta E_{350}) \cdot \frac{100 \cdot K_{\text{ср}}}{m},$$

где m — масса каучука, взятого для экстрагирования, г.

Результат расчета округляют до второго десятичного знака.

Два результата параллельных определений, полученные одним лаборантом в одной лаборатории на одном и том же приборе и пробе продукта, считают достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,05%.

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

Два результата испытания, полученные в разных лабораториях на одной и той же пробе продукта, считают достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,2%.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

www.rtitd-gost.narod.ru

www.rtitd-gost.narod.ru

Изменение № 3 ГОСТ 19920.12—74 Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения массовой доли агидола-2

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 изложить в новой редакции: «1.1. Для определения массовой доли агидола-2 применяют:
спектрофотометр СФ-26, СФ-46 или другой с аналогичными метрологическими характеристиками;
весы лабораторные по ГОСТ 24104—88, 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса с наибольшим пределом взвешивания 500 г;
плитку электрическую любого типа по ГОСТ 14919—83;
баню водяную;
колбу П(Кн)-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82 с воздушным холодильником (длина 1000 мм, диаметр 10—12 мм) на шлифах;
колбы 2—25—2, 2—50—2 и 2—100—2 по ГОСТ 1770—74;
цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74;
пипетку 6—2—5 по ГОСТ 20292—74;
стакан В-1—100 ТС по ГОСТ 25336—82;

(Продолжение см. с. 146)

(Продолжение изменения к ГОСТ 19920.12—74)

воронку В-36—50 ХС по ГОСТ 25336—82;
насос водоструйный по ГОСТ 25336—82;
колбу Бунзена с тубусом 1—250 по ГОСТ 25336—82;
воронку Бюхнера 1(2) по ГОСТ 9147—80;
спирт этиловый технический ректификованный по ГОСТ 18300—87, высший сорт;
гексан по ТУ 6—09—3375—73, ч;
гидроокись калия реактивную по ГОСТ 24363—80, ч.д.а;
антиоксидант агидол-2 марки Б по ТУ 38.101617—80.

Раздел 2. Наименование и пункт 2.1 изложить в новой редакции:

«2. Подготовка к испытанию»

2.1. Приготовление спиртового раствора щелочи

От 5,9 до 6,1 г гидроокиси калия, взвешенной на весах 4-го класса, растворяют в 100 см³ предварительно прокипяченного в течение 2 ч со щелочью, а затем отогнанного этилового спирта. Раствор хранят в темном месте. Срок годности раствора 1 мес.

Пункт 2.2. Заменить слова: «5 г агидола» на «От 4,5 до 5,5 г агидола-2, взвешенного на весах 4-го класса».

(Продолжение см. с. 147)

(Продолжение изменения к ГОСТ 19920.12—74)

Пункт 2.3 изложить в новой редакции:

«2.3. Калибрование спектрофотометра

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ берут навески перекристаллизованного агидола-2 от 0,010 до 0,020 г, взвешенные на весах 2-го класса, растворяют их в спирте, доводят объем растворов до метки и перемешивают. Растворы разбавляют в десять раз, для чего 5 см³ раствора доводят до метки спиртом в мерной колбе вместимостью 50 см³ и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 25 см³ вводят пипеткой 2,5 см³ спиртовой щелочи, доводят до метки разбавленным раствором антиоксиданта и перемешивают (щелочной раствор).

В другую колбу вводят пипеткой 2,5 см³ спирта и доливают до метки тем же раствором агидола-2 (нейтральный раствор).

Щелочной раствор наливают в прямоугольную рабочую кювету с толщиной поглощающего слоя 10 мм, а в кювету сравнения наливают нейтральный раствор. Измеряют разность оптических плотностей этих растворов при 309 и 350 нм. Определения проводят со всеми растворами агидола-2.

Для каждого раствора вычисляют коэффициент пропорциональности (K) между количеством агидола-2 в исходном растворе и разностью оптических плотностей по формуле

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

где m — масса навески агидола-2, взятая для приготовления исходного раствора, г;

E_{309} и E_{350} — разность оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов при 309 и 350 нм.

За результат испытания принимают среднее арифметическое ($K_{\text{ср}}$) пяти полученных значений K , рассчитанных с точностью до четвертого десятичного знака, расхождение между наибольшим и наименьшим из которых не превышает 0,0090».

Разделы 3, 4 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 148)

(Продолжение изменения к ГОСТ 19920.12—74)

«3. Проведение испытания

2,00 г мелко нарезанного каучука, взятого от объединенной пробы, приготовленной по п. 4.3 ГОСТ 27109—86, взвешенного на весах 4-го класса, помещают в колбу для экстрагирования, наливают 30 см³ спирта и кипятят на водяной бане в течение 30 мин.

Экстрагирование повторяют еще два раза, сливая все три экстракта в мерную колбу вместимостью 100 см³, после охлаждения доводят объем до метки спиртом и перемешивают.

Экстракт разбавляют в 10 раз, для чего 5 см³ экстракта доводят до метки спиртом в мерной колбе вместимостью 50 см³ и перемешивают. Приготавливают щелочной и нейтральный растворы, как это описано при калибровке (п. 2.3), заменяя раствор агидола-2 экстрактом, в тех же условиях ($D=10$ мм, $E=309$ и $E=350$ нм) измеряют разности оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов, проводят два параллельных определения.

4. Обработка результатов

Массовую долю антиоксиданта агидол-2 в каучуке (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = (E_{309} - E_{350}) \frac{K_p \cdot 100}{2,0J}$$

Результат округляют до второго десятичного знака.

Достоверным результатом испытания (с доверительной вероятностью 0,95) считают среднее арифметическое двух определений, полученных в условиях сходимости метода, расхождение между которыми не превышает 0,05% (мас).

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

(ИУС № 12 1992 г.)