



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ
ДИФЕНИЛ-*n*-ФЕНИЛЕНДИАМИНА

ГОСТ 24655—89

Издание официальное

БЗ 10—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Методы определения массовой доли
дифенил-*n*-фенилендиаминаГОСТ
24655—89Synthetic rubbers. Methods for determination of
diphenyl-*n*-phenyldiamine fraction of total mass

ОКСТУ 2294

Дата введения 01.06.90

Настоящий стандарт распространяется на синтетические каучуки, заправленные стабилизатором дифенил-*n*-фенилендиаминном, и устанавливает методы определения его массовой доли:

- в экстракте каучука — метод А;
- в растворе каучука — метод Б.

Метод заключается в колориметрировании окрашенного азосоединения, образующегося при взаимодействии дифенил-*n*-фенилендиамина с окисляющим реактивом.

1. МЕТОД А

1.1. Отбор проб

Отбор проб проводят по ГОСТ 27109, если в нормативно-технической документации на конкретные виды каучука не указан другой способ.

1.2. Аппаратура и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания свыше 200 до 500 г.

Баня песчаная или водяная.

Эксикатор 1—140 (190) по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера 1 (2) по ГОСТ 9147.

Колба 1—100 (250) по ГОСТ 25336.

Бюретка 6—2—5 или 7—2—5 по ГОСТ 29251.

Стакан Н-1—100 ТХС и В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба К-1—50(100) или Кн-1—50(100) ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-1(2) ХС или ХШ-1(2) ХС по ГОСТ 25336 или воздушный холодильник с взаимозаменяемыми конусами длиной 100 см и диаметром 15—20 мм.

Колбы 2—25—2, 2—50—2, 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4—2—1, 4—2—2, 7—2—5, 7—2—10 и 2—2—20 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—25 или 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Толуол по ГОСТ 5789.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Медь (II) уксуснокислая по ГОСТ 5852.

Дифенил-*n*-фенилендиамин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Подготовка к испытанию

1.3.1. *Приготовление очищенного дифенил-*n*-фенилендиамина*

($5 \pm 0,1$) г дифенил-*n*-фенилендиамина, взвешенного на весах 4-го класса, помещают в плоскодонную колбу вместимостью 50 см³ и наливают 30 см³ толуола. Затем плоскодонную колбу присоединяют к холодильнику и нагревают ее содержимое на водяной бане до полного растворения дифенил-*n*-фенилендиамина. Полученный горячий раствор фильтруют под вакуумом через воронку Бюхнера в склянку Бунзена. Из склянки Бунзена раствор переносят в химический стакан, помещенный в холодную воду.

После выпадения осадка содержимое стакана снова переносят в воронку Бюхнера, стакан и осадок промывают 3—4 раза этиловым спиртом порциями по 15 см³. Осадок дифенил-*n*-фенилендиамина переносят на фильтровальную бумагу и сушат в вакуум-эксикаторе

до постоянной массы таким образом, чтобы расхождения результатов двух последовательных взвешиваний не превышали 0,0004 г.

1.3.2. *Приготовление спирто-толуольной смеси*

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

1.3.3. *Приготовление стандартного раствора дифенил-*n*-фенилендиамина*

0,025 г очищенного дифенил-*n*-фенилендиамина, приготовленного в соответствии с п. 1.3.1 и взвешенного на весах 2-го класса, растворяют в спирто-толуольной смеси в мерной колбе вместимостью 250 см³.

1 см³ приготовленного раствора содержит 0,0001 г дифенил-*n*-фенилендиамина.

1.3.4. *Приготовление окисляющего реактива*

0,50 г уксуснокислой меди и 4,66 г хлористого калия, взвешенных на весах 2-го класса, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³ и 250 см³ дистиллированной воды. Содержимое колбы перемешивают. Небольшими порциями, медленно доливают до метки этиловым спиртом при сильном перемешивании. Полученный раствор должен быть прозрачным.

Примечание. Если при добавлении этилового спирта раствор становится мутным, добавляют по каплям раствор соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³ до получения прозрачного раствора.

Раствор хранят в склянке из темного стекла. При помутнении окисляющего реактива его готовят заново.

1.3.5. *Построение градуировочного графика при определении массовой доли дифенил-*n*-фенилендиамина в экстракте каучука*

В мерные колбы вместимостью 25 см³ отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 и 4,0 см³ стандартного раствора дифенил-*n*-фенилендиамина, 5 см³ окисляющего реактива и доливают до метки спирто-толуольной смесью.

После тщательного перемешивания содержимое колбы колориметрируют. Оптическую плотность растворов измеряют в кюветах с толщиной поглощающего слоя жидкости 30 мм на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны (440±10) или (410±10) нм.

В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

Градуировочный график строят в системе координат, откладывая по оси абсцисс количество дифенил-*n*-фенилендиамина, содержащееся в каждом из растворов в граммах, а по оси ординат — соответствующее ему значение оптической плотности.

График проверяют каждые 3 месяца.

(Изменения редакция, Изм. № 1).

1.4. Проведение испытания

1.4.1. *Определение массовой доли дифенил-*n*-фенилендиамина в экстракте каучука*

1.4.1.1. *Приготовление экстракта*

1 г свежесрезанной мелко нарезанной пробы каучука, взвешенной на весах 2-го класса, помещают в колбу вместимостью 50—100 см³ и добавляют 30 см³ спирто-толуольной смеси. Плоскодонную колбу присоединяют к холодильнику и кипятят ее содержимое на водяной бане в течение 30 мин. Затем колбу отсоединяют от холодильника и экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 100 см³.

Экстрагирование пробы в колбе проводят еще дважды 30 см³ спирто-толуольной смеси, сливая экстракты в ту же мерную колбу. Продолжительность каждого экстрагирования должна составлять 30 мин. Затем пробу каучука промывают дважды порциями по 5 см³ спирто-толуольной смеси и сливают в ту же мерную колбу, доводя таким образом объем раствора в колбе до метки.

Колбу закрывают притертой пробкой и содержимое в ней хорошо перемешивают.

1.4.1.2. *Определение массовой доли стабилизатора*

Экстракт каучука, приготовленный в соответствии с п. 1.4.1.1, объемом 2—10 см³ для каучука, не наполненного маслом, или 2—5 см³ для маслосодержащего каучука переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, добавляют 5 см³ окисляющего реактива и доливают до метки спирто-толуольной смесью. Колбу закрывают пробкой, тщательно перемешивают ее содержимое и колориметрируют в условиях, указанных в п. 1.3.5.

В качестве раствора сравнения используют экстракт каучука, разбавленный спирто-толуольной смесью в том же соотношении, что и при получении окрашенного раствора.

1.5. Обработка результатов

1.5.1. Массовую долю дифенил-*n*-фенилендиамина при определении в экстракте каучука (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где m_1 — масса дифенил-*n*-фенилендиаминa, найденная по градуировочному графику, г;

100 — объем экстракта каучука, см³;

m — масса пробы каучука, взятой для определения, г;

V — объем экстракта каучука, взятый на испытание, см³.

Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 15 % найденного среднего арифметического.

2. МЕТОД Б

2.1. Отбор проб

Пробы отбирают, как указано в п. 1.1.

2.2. Аппаратура и реактивы — в соответствии с п. 1.2 со следующими дополнениями:

аппарат для встряхивания жидкостей в сосудах;

воронка ВД-1(3)—250 ХС по ГОСТ 25336;

колба Кн-1—100 ТС по ГОСТ 25336;

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Приготовление стандартного раствора дифенил-*n*-фенилендиаминa — в соответствии с п. 1.3.3.

2.3.2. Приготовление окисляющего реактива — в соответствии с п. 1.3.4.

2.3.3. Построение градуировочного графика при определении дифенил-*n*-фенилендиаминa в растворе каучука

В делительные воронки вместимостью 250 см³, содержащие по 10 см³ этилового спирта и 15 см³ четыреххлористого углерода, наливают из микробюретки 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 и 4,0 см³ стандартного раствора дифенил-*n*-фенилендиаминa, по 5 см³ окисляющего реактива и перемешивают в течение 30 с. Делительные воронки оставляют стоять 5 мин. Затем в каждую из делительных воронок наливают по 30 см³ дистиллированной воды, встряхивают 60 с и после полного расслоения сливают окрашенный нижний слой в мерные колбы вместимостью 25 см³.

В мерные колбы наливают по 5 см³ этилового спирта, затем доливают до метки четыреххлористым углеродом, закрывают притертыми пробками и хорошо перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют в кюветах с толщиной поглощающего слоя жидкости 30 мм на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны (440±10) или (410±10) нм.

Градуировочный график строят в системе координат, откладывая по оси абсцисс массу дифенил-*n*-фенилендиаминa, содержащуюся в каждом из растворов в граммах, а по оси ординат — соответствующее ей значение оптической плотности. В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

График проверяют каждые 3 месяца.

(Изменения редакция, Изм. № 1).

2.4. Проведение испытания

2.4.1. Приготовление раствора каучука

0,2 г свежесвалцованной мелконарезанной пробы каучука, взвешенной на весах 2-го класса, или такое же количество низковязкого полимера помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³. Затем в колбу вливают пипеткой 20 см³ четыреххлористого углерода или толуола, закрывают притертой пробкой, помещают в аппарат для встряхивания до полного растворения пробы каучука.

2.4.2. Определение содержания стабилизатора

В делительную воронку, содержащую 10 см³ этилового спирта и 15 см³ четыреххлористого углерода, наливают пипеткой 2 см³ раствора каучука, приготовленного в соответствии с п. 2.4.1, 5 см³ окисляющего реактива и содержимое колбы перемешивают 30 с. Делительные воронки оставляют на 5 мин. Затем в делительную воронку наливают 30 см³ дистиллированной воды, встряхивают 60 с, после полного расслоения сливают окрашенный нижний слой в мерную колбу вместимостью 25 см³ и туда же добавляют 5 см³ этилового спирта. Затем в колбу доливают до метки четыреххлористый углерод, закрывают притертой пробкой, хорошо перемешивают содержимое и колориметрируют в условиях, указанных в п. 1.3.5.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, который готовят, как указано выше (включая введение aliquоты раствора каучука), но вместо окисляющего реактива вводят 5 см³ этилового спирта.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю дифенил-*n*-фенилендиаминa при определении в растворе каучука (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 - 20 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где V — объем раствора, взятый на испытание, см^3 ;

m_1 — масса дифенил-*n*-фенилендиаминa, найденная по градуировочному графику, г;

20 — объем раствора, см^3 ;

m — масса пробы каучука, взятая для определения, г.

Расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 15 % от найденного среднего арифметического.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.А. Корнер (руководитель темы); Б.Г. Бабурин; Ю.Г. Камарев; Т.В. Быстрова; В.В. Колмакова; М.Н. Берман

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.06.89 № 1800

Срок первой проверки — 1995 г.,
периодичность проверки — 10 лет

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6221—88

4. ВЗАМЕН ГОСТ 24655—81

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1.2
ГОСТ 3118—77	1.2
ГОСТ 4234—77	1.2
ГОСТ 5789—78	1.2
ГОСТ 5852—79	1.2
ГОСТ 6709—72	1.2
ГОСТ 9147—80	1.2
ГОСТ 12026—76	1.2
ГОСТ 17299—78	1.2
ГОСТ 18300—87	1.2
ГОСТ 20288—74	2.2
ГОСТ 24104—88	1.2
ГОСТ 25336—82	1.2; 2.2
ГОСТ 27109—86	1.1
ГОСТ 29251—91	1.2

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 21.04.92 № 426
7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1996 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1992 г. (ИУС 7—92)

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд.-лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 16.01.97. Подписано в печать 03.02.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 142 экз. С/Д 2219. Зак. 328.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.