



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУК СИНТЕТИЧЕСКИЙ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ

ГОСТ 19816.5—74

Издание официальное

1 р. 10 к. БЗ 6—91

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

КАУЧУК СИНТЕТИЧЕСКИЙ

Метод определения массовой доли воды
Synthetic rubber. Method for determination
of water fraction of total mass

ГОСТ
19816.5—74

ОКСТУ 2209

Срок действия с 01.01.75
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на синтетические высоко- и низкомолекулярные каучуки всех типов, кроме каучуков на основе кремнийорганических соединений, и устанавливает в них метод определения массовой доли воды.

Сущность метода заключается во взаимодействии воды с реактивом Фишера, представляющим собой раствор йода, сернистого ангидрида и пиридина в метанол-яде.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88.

Мешалка магнитная.

pH-метр-милливольтметр рН-673 (М) или схема электрическая по ГОСТ 14870—77.

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74 с темной склянкой.

Колба с тремя горловинами плоскодонная с взаимозаменяемыми конусами вместимостью 250—500 см³.

Колба Кн-1—50 (100) или П-1—50 (100) по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Трубка ТХ-П-2 по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 2—2—2, 2—2—5, 2—2—10 и 2—2—20 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74.

Эксикатор 2—140 (190) по ГОСТ 20292—74.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1974

© Издательство стандартов, 1992

Переиздание с изменениями

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Кальций хлористый или силикагель по ГОСТ 3956—76.

Толуол по ГОСТ 5789—78, содержащий не более 0,03% воды.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88 (высший сорт или фармакопейный), содержащий не более 0,03% воды.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77, абсолютированный, содержащий не более 0,04% воды.

Смесь спиртотолуольная 70 : 30 (по объему).

Реактив Фишера, титрованный раствор, 1 см³ которого соответствует 0,0002—0,0012 г воды.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Подготовка аппаратуры

В реакционную колбу, установленную на магнитной мешалке, вливают такое количество метанола-яда, чтобы в него были погружены концы платиновых электродов, и помещают в него магнит. Тубус А реакционной колбы закрывают хлоркальциевой трубкой, а к тубусу Б присоединяют бюретку для титрования и включают мешалку. Подключают электроды к электрической схеме и титруют остаток влаги во влитом в реактор метанол-яде концентрированным реактивом Фишера, вводя его при помощи пипетки через боковой тубус. Допускается введение в реакционную колбу вместо метанол-яда смеси метанола-яда и хлороформа (1 : 3 по объему) или хлороформа.

При использовании хлороформа для увеличения электропроводности раствора в реакционную колбу вводят одну каплю воды (по инструкции к прибору).

Вся применяемая посуда предварительно должна быть максимально обезвожена по ГОСТ 14870—77.

2.2. Приготовление концентрированного и титрованного раствора реактива Фишера

Реактив Фишера выпускается в виде комплекта, состоящего из двух бутылок; в бутылке 1 содержится раствор сернистого ангидрида в пиридине и в бутылке 2 — раствор йода в метанол-яде. Концентрированный реактив Фишера готовят в темной склянке, смешивая 100 см³ раствора из бутылки 1 и 217 см³ раствора из бутылки 2.

Для приготовления титрованного раствора в темную склянку от микробюретки наливают 100 см³ раствора из бутылки № 1; 217 см³ раствора из бутылки № 2 и до 1 дм³ — абсолютированного метанол-яда. Полученный раствор тщательно перемешивают.

Верхний конец бюретки закрывают хлоркальциевой трубкой с краном, а к трубке для перекачивания раствора из склянки в бюретку присоединяют хлоркальциевую трубку, закрытую заглушкой.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Установление титра реактива Фишера

Титр полученного реактива устанавливают на следующие сутки после его приготовления. Для этого составляют смесь с известной массовой долей воды. В мерную колбу вместимостью 50 см³ наливают 20—30 см³ абсолютированного метанол-яда, закрывают пробкой и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Затем пипеткой наливают в колбу 0,1—0,2 см³ воды и снова взвешивают. Колбу доливают до метки тем же метанол-ядом и перемешивают. В реакционную колбу, содержащую предварительно оттитрованный метанол-яд по п. 2.1, наливают 2 см³ приготовленной спиртоводной смеси, включают прибор и мешалку и титруют реактивом из бюретки до установления стрелки прибора в положении, указывающем на конец титрования.

Параллельно проводят титрование метанол-яда, взятого для приготовления спиртоводной смеси. Для этого 5 см³ метанол-яда отмеривают пипеткой в реактор и титруют реактивом из бюретки.

Проводят три—четыре параллельных титрования и вычисляют среднее арифметическое значение расхода титранта по результатам, расхождение между которыми не превышает 0,3 см³ для спиртоводной смеси и 0,1 см³ для метанола-яда.

Титр реактива Фишера в граммах воды на мл (T) вычисляют по формуле

$$T = \frac{C}{V - 0,4V_1},$$

где C — массовая доля воды в 2 см³ спиртоводной смеси, г;

V_1 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование 5 см³ абсолютированного метанол-яда, см³;

V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование 2 см³ спиртоводного раствора, см³.

Примечание. Титр раствора проверяют каждые двое-трое суток.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Подготовка пробы к анализу

2.4.1. Подготовка пробы высокомолекулярного каучука

В коническую колбу вместимостью 100 см³ помещают 2 г измельченного каучука, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, наливают 15—20 см³ спирто-толуольной смеси (70:30 по объему) и кипятят с обратным холодильником, закрытым сверху хлоркальциевой трубкой, на песчаной бане.

По истечении 1 ч колбу охлаждают и отбирают пипеткой 10 см³ экстракта на титрование. Параллельно проводят контрольный опыт в условиях анализа.

2.4.2. Подготовка пробы низкомолекулярного каучука

1—2 г низкомолекулярного каучука вводят непосредственно в реакционную колбу титратора при помощи стеклянной палочки

или пипетки из стаканчика вместимостью 50 см³. Навеску вычисляют по разности масс стаканчика с каучуком и палочкой или пипеткой до и после введения пробы.

Если низкомолекулярный каучук обладает значительной вязкостью, то его предварительно растворяют в хлороформе. Для этого во взвешенную плоскодонную колбу вместимостью 100 см³ помещают от 1 до 2 г каучука и взвешивают. По разности между взвешиваниями вычисляют массу пробы.

В колбу вводят пипеткой 20 см³ хлороформа, перемешивают до растворения навески и отбирают 10 см³ раствора на титрование. Параллельно проводят контрольный опыт в условиях анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.3. Подготовка пробы низкомолекулярного каучука, взаимодействующего с реактивом Фишера или образующего пленку на платиновых электродах.

В колбу для отгонки вместимостью 100 см³, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают навеску 2,0—2,5 г каучука и снова взвешивают с той же погрешностью. После этого в колбу добавляют 20 см³ толуола, закрывают пробкой и встряхивают до растворения каучука. После растворения в колбу добавляют несколько кусочков пористого материала и присоединяют ее к прибору для отгонки. Прибор состоит из собранных на шлифах холодильника аллонжа и приемника.

К отводу холодильника присоединяют хлоркальциевую трубку и отгоняют 16—18 см³ растворителя. Затем приемник отсоединяют, закрывают пришлифованной пробкой, встряхивают и переводят содержимое в реакционную колбу титратора.

Параллельно проводят контрольный опыт: титруют 20 см³ толуола, который предварительно помещают в колбу для отгонки и перегоняют в приемник.

2.4.1—2.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1)**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В реакционную колбу титратора, подготовленную по п. 2.1, вводят через тубус А пробу каучука, приготовленную по одному из пп. 2.4.1, 2.4.2 или 2.4.3, и титруют ее реактивом Фишера до установления стрелки прибора в положении, указывающем на конец титрования. Аналогично титруют растворы контрольных опытов.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по формулам:

при испытании пробы, приготовленной по п. 2.4.1 и 2.4.2 в случае предварительного растворения пробы

$$X = \frac{(V_1 - V) \cdot T \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot 10},$$

при испытании пробы, приготовленной по п. 2.4.2

$$X = \frac{v_1 \cdot T \cdot 100}{m};$$

при испытании пробы, приготовленной по п. 2.4.3

$$X = \frac{(v_1 - v) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где v — количество реактива Фишера, израсходованное на титрование контрольного опыта, см³;

v_1 — количество реактива Фишера, израсходованное на титрование пробы, см³;

T — титр реактива Фишера, выраженный в граммах воды/мл;

V_2 — объем спирто-толуольной смеси, взятый для экстрагирования каучука или хлороформа, взятого для растворения каучука, см³;

m — масса навески каучука, г;

10 — количество экстракта, взятое для анализа, см³.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 15 отн. % по отношению к найденному среднему значению.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ. (Исключено, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Кормер В. А., Исакова Н. А., Риськин Р. П., Храмченко Н. И., Марченко Е. П.

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.05.74 № 1259

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 1770—74 | 1.1 |
| ГОСТ 3956—76 | 1.1 |
| ГОСТ 5789—78 | 1.1 |
| ГОСТ 6995—77 | 1.1 |
| ГОСТ 14870—77 | 1.1; 2.1 |
| ГОСТ 20015—88 | 1.1 |
| ГОСТ 20292—74 | 1.1 |
| ГОСТ 24104—88 | 1.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 1.1 |

5. Срок действия продлен до 01.01.96 Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.06.90 № 1804

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1984 г., июне 1990 г. (ИУС 9—84, 10—90)

Редактор *Л. И. Нахимова*
 Технический редактор *В. Н. Прусакова*
 Корректор *И. Л. Асауленко*

Сдано в набор 18.02.92 Подп. в печ. 07.04.92. Усл. печ. л. 0,5. Усл. кр.-отг. 0,5. Уч.-изд. л. 0,33. Тир. 920 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
 Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 978