



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР**

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

**ГОСТ 19920.2—74, ГОСТ 19920.3—74,
ГОСТ 19920.5-74 — ГОСТ 19920.8-74,
ГОСТ 19920.12-74 — ГОСТ 19920.20-74**

Издание официальное

Цена 15 коп.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва**



ГОСТ 19920.2-74, Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения микроструктуры
Stereoregular butadiene synthetic rubbers. Method for determination of microstructure

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ
БУТАДИЕНОВЫЕ

Метод определения микроструктуры

Stereoregular butadiene synthetic rubbers.
Method for determination of microstructureГОСТ
19920.2-74*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 их микроструктуры.

Сущность метода заключается в определении содержания компонентов микроструктуры полимерных цепей каучука с помощью инфракрасной спектроскопии.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

- 1.1. Для определения микроструктуры применяют:
- спектрофотометр инфракрасный двухлучевой;
 - кюветы с бромистым калием или хлористым натрием;
 - шпирли медицинский типа «Рекорд», вместимостью 2—5 см³ (без резиновых уплотнителей);
 - воронку коническую диаметром 50—55 мм, на узкую часть которой закрепляют шелковую сетку № 32—35 по ГОСТ 4403—77;
 - аппарат для встряхивания жидкостей;
 - термостат вакуумный;
 - бензол по ГОСТ 5955—75;
 - сероуглерод (ч.д.а.) по ГОСТ 19213—73 перегнанный и осушенный над медью серноокислой;
 - допускается для каучуков с высоким содержанием цис-1,4-звеньев (выше 85%) вместо сероуглерода применять четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288—74; в этом случае содержание

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (декабрь 1968 г.) с Изменениями № 1, 2,
утвержденными в декабре 1979 г., июле 1984 г. (ИУС 2—80, 9—84).

цис-1,4-звеньев определяется по разности: 100 — сумма содержания 1,2- и *транс*-1,4-звеньев;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87;

циклогексан.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Очистка образцов

Около 1 г мелконарезанного каучука, взятого от средней пробы, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в течение 22—24 ч в 50 см³ бензола; для более быстрого растворения каучука (4—5 ч) используют аппарат для встряхивания.

Раствор фильтруют при помощи воронки, снабженной шелковой сеткой. Для удаления из каучука антиоксидантов, остатков катализатора, масел и других примесей его переосаждают.

Переосаждение осуществляют следующим образом: в стакан вместимостью 250 см³ наливают 120—150 см³ этилового спирта и добавляют небольшими порциями отфильтрованный раствор каучука при постоянном перемешивании стеклянной палочкой — при этом осаждается чистый каучук. Спирт сливают, каучук в стакане промывают 50 см³ спирта, мелко нарезают, помещают на часовое стекло и сушат в вакуумном термостате при 60°C в течение 2—3 ч.

2.2. Приготовление растворов образцов

Приготавливают по 20 см³ растворов испытуемых и контрольных каучуков в сероуглероде: *цис*-1,4-полубутадиеновый каучук 2%-ной (по массе) концентрации, *транс*-1,4- и 1,2-полибутадиены — 0,7%-ной концентрации.

Для этого рассчитанные количества мелконарезанного переосажденного каучука помещают в колбу и растворяют в 20 см³ сероуглерода. При неполном растворении каучука при расчете концентрации следует учесть поправку (K) на растворимость каучука

$$K = \frac{X}{100},$$

где X — растворимость каучука, определенная по ГОСТ 19920.3—74.

2.3. Выбор контрольных веществ

В качестве контрольных веществ используют полимеры, построенные из 1,2-; *транс*-1,4- и *цис*-1,4-звеньев, например: *транс*-полибутадиен со 100%-ным содержанием *транс*-1,4-звеньев; каучук СКБ, состоящий из 85%-1,2-звеньев и 15% *транс*-1,4-звеньев; каучук СКД, содержащий 90—97% *цис*-1,4-звеньев. В качестве конт-

рольных веществ можно использовать набор низкомолекулярных модельных соединений; например: гексен-1, децен-1, *транс*-2-гептен, *транс*-2-децен, *цис*-4-октен.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Полученным раствором заполняют шприцем кювету и помещают ее в измерительный канал спектрометра. В пучок сравнения помещают кювету той же толщины, заполненную сероуглеродом. Толщину кювет подбирают так, чтобы достигнуть оптимального пропускания 30—70% аналитических полос.

На приборе типа ИКС-22 записывается спектр испытуемого образца в области 650—1050 см⁻¹ (не менее трех раз).

Из спектров определяют оптические плотности в максимуме трех полос поглощения: 740—720, 910 и 967 см⁻¹, характеризующие наличие в образце *цис*-1,4; 1,2- и *транс*-1,4-звеньев соответственно.

При использовании полосы поглощения в области 740—720 см⁻¹ для определения *цис*-1,4-комплекта в каучуке нужно учитывать следующее: в образцах с высоким содержанием *цис*-1,4-звеньев (95%) максимум полосы расположен при $\nu=740$ см⁻¹. С понижением в образце содержания *цис*-1,4-звеньев до 5% положение максимума смещается до 724 см⁻¹.

Оптические плотности полос поглощения отсчитывают от базисных линий, проведенных через точки минимума поглощения полос. При небольшом содержании *транс*-1,4-звеньев фон проводят по методу модифицированной (основной) линии: через спектр проводят две касательные: к рассматриваемому участку спектра и через максимум пропускания с обеих сторон измеренной полосы. В результате получают величины поглощения D_1 и D_2 , находят среднее значение D_0 .

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание 1,2-; *транс*-1,4-и *цис*-1,4-звеньев ($X_{1,2}$ — $X_{1,4-транс}$ и $X_{1,4-цис}$) в процентах вычисляют по формулам:

$$X_{1,2} = \frac{D_{910} \cdot 100}{s \cdot \eta \cdot C \cdot K_{910}},$$

$$X_{1,4-транс} = \frac{D_{967} \cdot 100}{s \cdot C \cdot \eta \cdot K_{967}},$$

$$X_{1,4-цис} = \frac{D_{740} \cdot 100}{s \cdot C \cdot \eta \cdot K_{740}},$$

где D_{ν} — оптическая плотность для полос поглощения 910; 967 и 740 см⁻¹;

s — толщина кюветы, см;

C — концентрация раствора, моль/дм³;

η — неопределенность, условно принятая для каучука СКД, выпускаемого в промышленном масштабе, равной 1;

K_v — коэффициент поглощения полос 910, 967 и 740 см⁻¹, дм³/моль·см.

4.2. Для определения коэффициентов поглощения (K_v) проводят аналогичные испытания для контрольных веществ.

Коэффициент поглощения (K_v) в дм³/моль·см вычисляют по формуле

$$K_v = \frac{D_v \cdot 100}{s \cdot C \cdot \eta \cdot X_{\text{контр.}}},$$

где $X_{\text{контр.}}$ — содержание 1,2-*транс*-1,4 или *цис*-1,4-звеньев в контрольном веществе, %.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 2 абс. %.

Чувствительность метода 2 абс. %.

Допускается при выводе коэффициентов поглощения (K_v) для *транс*-1,4-звеньев и 1,2-звеньев использовать в качестве растворителя четыреххлористый углерод, а для *цис*-1,4-звеньев — циклогексан.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Изменение № 3 ГОСТ 19920.2—74 Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения микроструктуры

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

(ИУС № 12 1992 г.)
