

23492-83



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

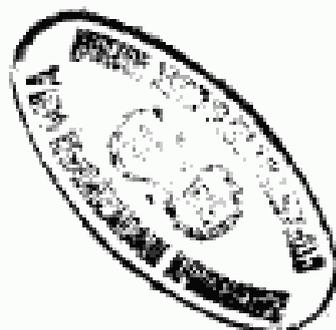
**КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ  
БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЙ  
СКС-30АРКПН  
И БУТАДИЕН-МЕТИЛСТИРОЛЬНЫЙ  
СКМС-30АРКПН**

**ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ**

**ГОСТ 23492—83**

**Издание официальное**

**Е**



Цена 5 коп.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва**

**GOST**  
СТАНДАРТЫ

ГОСТ 23492-83, Каучуки синтетические бутадиен-стирольный скс-30аркпн и бутадиен-метилстирольный скмс-30аркпн. Технические условия  
Synthetic rubbers, butadiene-styrene СКС-30АРКПН and butadiene-methylstyrene СКМС-30АРКПН. Specifications

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ БУТАДИЕН-  
СТИРОЛЬНЫЙ СКС-30АРКПН И БУТАДИЕН-  
МЕТИЛСТИРОЛЬНЫЙ СКМС-30АРКПН

Технические условия

ГОСТ  
23492—83\*Synthetic rubbers, butadiene-styrene СКС-30АРКПН and  
butadiene-methylstyrene СКМС-30АРКПН. SpecificationsВзамен  
ГОСТ 23492—79

ОКП 22 9434

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 декабря  
1983 г. № 6726 срок действия установлен

с 01.01.85

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на синтетические каучуки бутадиев-стирольный СКС-30АРКПН и бутадиев-метилстирольный СКМС-30АРКПН, получаемые совместной полимеризацией бутадиев со стиролом или  $\alpha$ -метилстиролом в эмульсии с применением в качестве эмульгатора смеси мыл диспропорционированной канифоли и синтетических жирных кислот.

Настоящий стандарт устанавливает требования к каучукам СКС-30АРКПН и СКМС-30АРКПН, изготовляемым для нужд народного хозяйства и поставки на экспорт.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей и первой категорий качества.

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Каучуки СКС-30АРКПН и СКМС-30АРКПН должны быть изготовлены в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическим регламентам, утвержденным в установленном порядке.

1.2. Каучуки СКС-30АРКПН и СКМС-30АРКПН должны соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★  
E\* Переиздание (ноябрь 1985 г.) с Изменением № 1,  
утвержденным в марте 1985 г. (ИУС 6—85).

© Издательство стандартов, 1986

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для каучука			
	высшей категории	первой категории		
	III группа	I группа	II группа	III группа
1. Внешний вид	Брикеты или рулоны от светло-желтого до бежевого цвета			
2. Вязкость по Муни МБ 1+4 (100°C)	48—58	27—37	38—47	48—58
3. Условная прочность при растяжении, МПа (кгс/см <sup>2</sup> ), не менее	27,0 (275) до 01.01.86, 28,4 (290) с 01.01.86	23,0 (235)	27,0 (275)	26,5(270)
4. Относительное удлинение при разрыве, %, не менее	560	560	560	550
5. Относительная остаточная деформация после разрыва, %, не более	22	22	22	22
6. Эластичность по отскоку, %, не менее	38 до 01.01.86, 50 с 01.01.86	33	37	37
7. Массовая доля органических кислот, %	5,0—7,2	5,0—7,2		5,6—7,8
8. Массовая доля мыл органических кислот, %, не более	0,25	0,3	0,3	0,3
9. Потеря массы, при сушке, %, не более	0,4	0,4 0,8*	0,4	0,4
10. Массовая доля золы, %, не более	0,8	0,8	0,8	0,8
11. Массовая доля металлов, %, не более:				
меди	0,0002		0,0002	
железа	0,008		0,008	
12. Массовая доля антиоксиданта АО-6 (полигарда), %	1,0—2,0		1,0—2,0	
13. Массовая доля связанного второго мономера, %:				
стирола	22—25		22—25	
α-метилстирола	21—24		21—24	

\* при изготовлении каучука на агрегате Андерсон.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Каучук не должен содержать посторонних включений, структурированного и влажного полимера.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.4. Показатель вязкости по Муни каждого брикета или рулона каучука должен соответствовать нормам, установленным для I

или II, или III групп каучука, и не должен отличаться в пределах одной партии более чем на 8 единиц.

1.5. Каучуки выпускают в виде брикетов или рулонов. Допускается изготавливать вальцованный каучук.

1.6. Коды ОКП для марок каучука по Общесоюзному классификатору промышленной и сельскохозяйственной продукции должны соответствовать указанным в табл. 2.

Таблица 2

Марка каучука	Код ОКП каучука		
	брикетированного	вальцованного	рулонного
Каучук СКС-30АРКПН: высшей категории качества: III группа первой категории качества:	22 943403 05	—	22 943403 12
I группа	22 943403 06	22 943403 19	22 943403 13
II группа	22 943403 07	22 943403 21	22 943403 14
III группа	22 943403 08	22 943403 22	22 943403 15
Каучук СКМС-30АРКПН высшей категории качества: III группа первой категории качества:	22 943404 05	—	22 943404 12
I группа	22 943404 06	22 943404 19	22 943404 13
II группа	22 943404 07	22 943404 21	22 943404 14
III группа	22 943404 08	22 943404 22	22 943404 15

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Каучуки СКС-30АРКПН и СКМС-30АРКПН не взрывоопасны.

При внесении в источник огня горят с выделением густого черного дыма, склонностью к тепловому самовозгоранию не обладают.

2.2. Показатели пожарной опасности каучука приведены в табл. 3.

Таблица 3

Масса каучука	Температура, °С	
	воспламенения	самовоспламенения
СКС-30АРКПН	285	336
СКМС-30АРКПН	293	339

2.3. При возникновении пожара необходимо применять воду со смачивателем, воздушно-механическую пену, пенные и углекислотные огнетушители марок ОХП-10, ОУ-5 и др.

2.4. При повышенной температуре и иногда при переработке каучук обладает слабым запахом остаточного мономера: стирола или  $\alpha$ -метилстирола. Массовая доля незаполимеризованного мономера в каучуке не должна превышать 0,1 %.

Стирол и  $\alpha$ -метилстирол обладают общетоксическим действием. Пары вызывают раздражение слизистых оболочек.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров стирола и  $\alpha$ -метилстирола в воздухе рабочей зоны производственных помещений 5 мг/м<sup>3</sup>.

Стирол и  $\alpha$ -метилстирол относятся к 3-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007—76.

2.5. Каучуки СКС-30АРКПН и СКМС-30АРКПН заправляются нетоксичным антиоксидантом АО-6 (полигард).

2.6. Работу с каучуком следует проводить в помещениях, оборудованных местной приточно-вытяжной и общеобменной вентиляцией в специальной одежде, предусмотренной типовыми отраслевыми нормативами.

### 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Каучук принимают партиями. Партией считают каучук одной марки массой не менее 14 т (вальцованного каучука не менее 5 т), сопровождаемый одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование и марку каучука;

дату изготовления;

номер партии;

группу каучука;

массу (нетто);

число мест;

массу партии;

результаты проведенных испытаний;

обозначение настоящего стандарта.

В документе о качестве должны быть также указаны минимальное, среднее и максимальное значения показателя вязкости по Муни.

В документе о качестве, сопровождающем партию вальцованного каучука, должно быть указано «вальцованный».

Форма товаросопроводительной документации каучука для экспорта должна соответствовать требованиям заказа-наряда внешне-торгового объединения.

3.2. Объем выборки — по СТ СЭВ 803—77.

3.3. Для проверки качества каучука на соответствие требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные и периодические испытания.

В каждой партии каучука определяют внешний вид, вязкость по Муни, эластичность по отскоку, массовую долю органических кислот и мыл органических кислот, потерю массы при сушке, массовую долю антиоксиданта АО-6 и содержание посторонних включений.

Определение массовой доли золы, металлов, второго связанного мономера, условной прочности при растяжении, относительного удлинения при разрыве, относительной остаточной деформации после разрыва изготовитель проверяет периодически на каждой 10-й партии каучука.

3.4. При получении неудовлетворительных результатов приемо-сдаточных испытаний хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторные испытания на удвоенном объеме выборки, взятой от той же партии.

Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

3.5. При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний изготовитель переводит испытания по данному показателю в категорию приемо-сдаточных до получения положительных результатов не менее чем на трех партиях подряд.

#### 4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Отбор и подготовка проб для проведения химических и физико-механических испытаний — по СТ СЭВ 803—77.

4.1.1. Для определения вязкости по Муни, разброса по вязкости внутри партии берут точечную пробу не менее 500 г от каждой упаковочной единицы, отобранной по п. 3.2.

4.1.2. Отобранные пробы каучука по п. 4.1 до окончания испытаний хранят в полиэтиленовой пленке при температуре не выше 30°C в месте, защищенном от действия атмосферных осадков и прямого солнечного света.

Пробы, отобранные от каучука, хранящегося при температуре ниже 0°C, перед подготовкой к испытаниям выдерживают не менее 12 ч при температуре  $(25 \pm 5)$ °C.

4.2. Внешний вид каучука определяют визуально.

4.3. Определение вязкости по Муни

4.3.1. Аппаратура и материалы

Вальцы ЛБ 320  $\frac{160}{160}$  или Пд 320  $\frac{160}{160}$  по ГОСТ 14333—79 с фрикцией от 1 : 1,24 до 1 : 1,27 и частотой вращения медленного вала от 23 до 27,5 мин<sup>-1</sup>.

Вискозиметр ротационный типа Муни с пределами измерений от 0 до 200 единиц или от 0 до 150 единиц.

Весы типа ВНЦ по ГОСТ 23676—79.

Нож цилиндрический для вырубki образцов.

Пресс пневматический или ручной для вырубki образцов.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Свинiec в виде пластин.

Толщиномер по ГОСТ 11358—74, с ценой деления 0,01 мм.

#### 4.3.2. Подготовка к испытанию

##### 4.3.2.1. Проверка точности установки величины зазора между валками вальцов (по свинцу)

Проверку зазора между валками вальцов с помощью свинца проводят следующим образом: две свинцовые пластины размером около  $4 \times 10 \times 50$  мм пропускают два раза в продольном направлении на расстоянии около 50 мм от направляющего устройства вальцов. Второй раз пластины пропускают нижними концами через зазор.

За величину зазора между валками вальцов принимают толщину развальцованных пластин, измеренную в трех точках средней части.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов всех измерений двух пластин, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 мм.

##### 4.3.2.2. Подготовка образца

Образец для испытания изготавливают из каучука, отобранного по п. 4.1 с предварительным вальцеванием. Для этого 250 г каучука десятикратно пропускают через лабораторные вальцы; температура поверхности валков  $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$  и зазор между ними  $(1,0 \pm 0,2)$  мм (по свинцу), для каучука с вязкостью по Муни 27—37 единиц величина зазора должна быть  $(1,40 \pm 0,13)$  мм.

Шкурку каучука, полученную после первого пропуска и каждого последующего до девятого включительно, складывают вдвое и подают боковой стороной в зазор между валками.

В десятый раз шкурку пропускают через вальцы в развернутом виде.

Из шкурки каучука после ее охлаждения на воздухе не менее 30 мин изготавливают образцы по ГОСТ 10722—76 и испытывают.

Толщину образцов определяют как среднюю арифметическую величину не менее 5 измерений по всей площади образца. Допускается подрезка каучука до нужной толщины, требуемой ГОСТ 10722—76.

#### 4.3.3. Проведение испытания

Вязкость каучука определяют по ГОСТ 10722—76 на большом роторе при  $100^\circ\text{C}$  через 4 мин от начала вращения ротора. Время предварительного прогрева образца в приборе составляет 1 мин.

4.4. Определение условной прочности при растяжении, относительного удлинения при разрыве и относительной остаточной деформации после разрыва вулканизата

4.4.1. *Аппаратура*

Прессформы с глубиной ячеек 2 мм.

Пресс вулканизационный.

Толщиномер по ГОСТ 11358—74.

Машина разрывная.

Пресс-формы для вулканизации образцов на эластичность.

Нож вырубной.

Часы песочные.

4.4.2. *Подготовка к испытанию*

4.4.2.1. *Приготовление резиновой смеси и ее вулканизация*

От пробы, отобранной по п. 4.1, берут 400 г каучука и готовят резиновую смесь, состав которой приведен в табл. 4.

Таблица 4

Наименование ингредиента	Масса, г
Каучук	100,0
Кислота стеариновая техническая (стеарин) по ГОСТ 6484—64, сорт I	1,5
Белла цинковые сухие по ГОСТ 202—84 марки ВЦО-М	5,0
2,2'-дибензтиазолдисульфид (тиазол 2МБС) по ГОСТ 7087—75, марка А или Б	3,0
Углерод технический (сажа) по ГОСТ 7885—77, марка ДГ-100	40,0
Сера техническая по ГОСТ 127—76, сорт 9996 или 9990	2,0
Всего:	151,5

Каучук смешивают с ингредиентами на вальцах при температуре поверхности валков  $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$  по режиму, указанному в табл. 5.

Таблица 5

Наименование операции	Время с момента подачи каучука на вальцы, мин	Время обработки, мин
Вальцевание каучука при величине зазора между валками 1,2—1,4 мм с подрезкой на $\frac{1}{4}$ вальца с каждой стороны через 30 с (При последующем введении ингредиентов величину зазора устанавливают так, чтобы между валками находился хорошо обрабатываемый запас смеси)	0	5

Продолжение табл. 5

Наименование операции	Время с момента подачи каучука на вальцы, мин	Время обработки, мин
Введение $\frac{1}{2}$ части сажи, подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ вальца по одному разу с каждой стороны	5	5
Введение $\frac{1}{2}$ части сажи и сажи с противня, подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ вальца по одному разу с каждой стороны	10	5
Введение стеарина, подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ вальца по одному разу с каждой стороны	15	2
Введение цинковых белил, тиазола 2МБС и серы	17	5
Подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ вальца по три раза с каждой стороны	22	2
Срезка смеси, сдвиг вальцов до зазора 0,6—0,8 мм и пропуск смеси при этом зазоре рулоном (вертикально) шесть раз	24	2
Листование смеси до толщины $(2,1 \pm 0,2)$ мм	26	1
Снятие смеси с вальцов по истечении 27-й мин		

Ингредиенты вводят в смесь равномерно по всей длине вальца. Если в запасе имеются ингредиенты, не вошедшие в каучук, смесь не подрезают.

#### 4.4.2.2. Заготовка пластин

Полученные листы резиновой смеси выдерживают перед вулканизацией при температуре окружающей среды не менее 4 ч, после чего разрезают на пластины и помещают в вулканизационные формы, предварительно нагретые до  $(143 \pm 1)^\circ\text{C}$ .

На пластинах должно быть указано направление вальцевания. Формы закрывают, помещают в нагретый до  $(143 \pm 1)^\circ\text{C}$  пресс и вулканизируют резиновую смесь при температуре  $(143 \pm 1)^\circ\text{C}$  и давлении на площадь ячейки формы не менее 3,5 МПа ( $35 \text{ кгс/см}^2$ ) в течение 60, 80 и 100 мин.

Температура процессе контролируют термометром с погрешностью не более  $\pm 1^\circ\text{C}$ .

После вулканизации пластины вынимают из формы, тщательно осматривают с целью определения качества поверхности, охлаждают на воздухе не менее 30 мин, после чего их передают на испытание.

#### 4.4.2.3. Проведение испытания

Условная прочность при растяжении, относительное удлинение при разрыве и относительную остаточную деформацию после разрыва вулканизата определяют по ГОСТ 270—75 на образцах типа I, толщиной  $(2 \pm 0,2)$  мм. Значения показателей должны соот-

ветствовать табл. 1 при вулканизации резиновых смесей в течение 60 или 80 или 100 мин.

#### 4.5. Определение эластичности по отскоку

Из листа резиновой смеси, приготовленной по п. 4.4.2.1, цилиндрическим ножом вырубает образцы в форме шайб и вулканизуют в оптимальное (из указанных в п. 4.4.2.3) время для данной партии каучука.

Форма и размеры образцов должны соответствовать требованиям СТ СЭВ 108—74.

Эластичность по отскоку определяют по СТ СЭВ 108—74 и ГОСТ 269—66.

#### 4.6. Определение массовой доли органических кислот и мыл органических кислот

Массовую долю органических кислот и мыл органических кислот определяют по ГОСТ 19816.1—74 с экстрагированием пробы каучука два раза.

При вычислении необходимо использовать коэффициенты:

для органических кислот  $a=0,0320$ , где 0,0320 — количество органической кислоты (условно расчет ведут на смесь синтетических жирных кислот  $C_{10}$ — $C_{16}$  и канифоли в соотношении (1 : 3,8), соответствующее 1 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора щелочи, г;

для мыл органических кислот  $b=0,0179$ , где 0,0179 — количество мыл органической кислоты (условно расчет ведут на калиевое мыло органических кислот), соответствующее 1 см<sup>3</sup> 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.) раствора соляной кислоты, г.

#### 4.7. Определение потери массы при сушке

Потерю массы при сушке определяют по ГОСТ 19338—73 при  $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$ , при этом пробу каучука сушат в сушильном шкафу 2 ч, а затем охлаждают не менее 30 мин в эксикаторе.

4.8. Определение массовой доли золы проводят по ГОСТ 19816.4—74, при этом берут навеску каучука массой 2 г и смачивание золы водой после обугливания каучука не проводят.

4.9. Определение массовой доли меди и железа проводят по ГОСТ 19816.2—74.

4.10. Определение массовой доли антиоксиданта АО-6 (полигарда) в каучуке

##### 4.10.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в определении концентрации антиоксиданта АО-6 (полигарда) в спирто-толуольном экстракте каучука по разности оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов.

##### 4.10.2. Приборы, посуда и реактивы

Прибор для экстрагирования, состоящий из колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> с воздушным холодильником.

Весы аналитические типа ВЛА, 2-го класса точности.

Спектрофотометр ультрафиолетовый типа СФ-4А, СФ-16 и др.

Баня водяная или песчаная.

Колбы мерные ГОСТ 1770—74, вместимостью 10 и 100 см<sup>3</sup>.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, х. ч. или ч. д. а., 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.) спиртовой раствор.

Смесь этилового спирта и толуола 70 : 30 (по объему).

Толуол по ГОСТ 5789—78, ч. д. а.

Спирт этиловый технический ректифицированный по ГОСТ 18300—72, высший сорт.

Антиоксидант АО-6 (полигард), раствор 0,05 г/дм<sup>3</sup> в спирто-толуольной смеси.

#### 4.10.3. Подготовка к испытанию

##### 4.10.3.1. Приготовление 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.) спиртового раствора гидроокиси калия

30 г гидроокиси калия растворяют в 500 см<sup>3</sup> этилового спирта, предварительно прокипяченного в течение 1—2 ч со щелочью и затем отогнанного.

Раствор необходимо хранить в темном месте.

##### 4.10.3.2. Вычисление расчетного градуировочного коэффициента

Разбавлением стандартного раствора антиоксиданта спирто-толуольной смесью готовят несколько растворов в пределах концентраций 0,01—0,05 г/дм<sup>3</sup>.

В мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> наливают 1 см<sup>3</sup> спиртового раствора щелочи и объем доводят до метки измеряемым раствором — щелочной раствор. В другую такую же колбу наливают 1 см<sup>3</sup> спирта и доводят до метки тем же измеряемым раствором — нейтральный раствор.

В рабочую кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм наливают щелочной раствор, а в кювету сравнения — нейтральный раствор.

Измерение разности оптических плотностей производят при 299—300 нм. После измерения оптических плотностей всех калибровочных растворов измеряют оптическую плотность спиртового раствора щелочи. Для этого в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> наливают 1 см<sup>3</sup> спиртовой щелочи и доводят до метки спирто-толуольной смесью.

В другую мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> наливают 1 см<sup>3</sup> спирта и доводят до метки спирто-толуольной смесью. Первый раствор наливают в рабочую кювету с той же толщиной слоя, а второй раствор в кювету сравнения.

Затем находят для каждого из измеренных растворов коэффициент пропорциональности ( $K$ ) между концентрацией антиоксиданта в растворе и оптической плотностью

$$K = \frac{C}{\Delta E_{300} - E_{\text{щ}}},$$

где  $C$  — массовая концентрация антиоксиданта в растворе, г/дм<sup>3</sup>;  
 $\Delta E_{300}$  — разность оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов;

$E_{\text{щ}}$  — оптическая плотность раствора щелочи.

За результат анализа ( $K_{\text{ср}}$ ) принимают среднее арифметическое двух параллельных значений коэффициентов пропорциональности.

#### 4.10.3.3. Приготовление спирто-толуольного экстракта каучука

1 г мелконарезанного каучука, взятого из пробы по п. 4.1 и взвешенного на аналитических весах, помещают в круглодонную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и наливают в нее 30 см<sup>3</sup> спирто-толуольной смеси. Затем колбу присоединяют к воздушному холодильнику и содержимое кипятят в течение 30 мин. Колбу отделяют от холодильника и экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. В колбу вновь наливают 30 см<sup>3</sup> спирто-толуольной смеси и повторяют экстрагирование, сливая экстракт в ту же мерную колбу. Так же проводят экстрагирование третий раз. Затем оставшиеся кусочки каучука дважды смывают спирто-толуольной смесью по 5 см<sup>3</sup> и сливают в ту же мерную колбу.

После охлаждения экстракт в колбе доводят до метки спирто-толуольной смесью, закрывают колбу пробкой и содержимое хорошо перемешивают.

#### 4.10.3.4. Проведение анализа

20 см<sup>3</sup> экстракта, полученного по п. 4.10.3.3, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки спирто-толуольной смесью.

Готовят щелочной и нейтральный растворы экстракта каучука, как при градуировке, заменяя раствор антиоксиданта разбавленным экстрактом. В тех же условиях измеряют разность оптических плотностей этих растворов.

#### 4.10.3.5. Обработка результатов

Массовую долю антиоксиданта ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(\Delta E_{300} - E_{\text{щ}}) \cdot K_{\text{ср}} \cdot 10 \cdot \frac{V_1}{V_2}}{m},$$

где  $E_{300}$  — разность оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов экстракта каучука;

- $E_{\text{ш}}$  — оптическая плотность раствора щелочи;  
 $K_{\text{ср}}$  — коэффициент пропорциональности между концентрацией антиоксиданта в растворе и оптической плотностью (п. 4.10.3.2);  
 $V_1$  — объем полученного экстракта, см<sup>3</sup>;  
 $V_2$  — объем экстракта, взятый для разбавления, см<sup>3</sup>;  
 $m$  — масса навески каучука, г.

В связи с тем, что оптическая плотность раствора щелочи при хранении постепенно возрастает, ее измеряют в день испытания. Раствор щелочи считается непригодным, если оптическая плотность превысит 0,100.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (две экстракции), допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1%.

4.10.3.6. Допускается определять массовую долю антиоксиданта методом газовой хроматографии по методике рекомендуемого приложения. При разногласиях, возникших в оценке качества антиоксиданта, применяют метод, указанный в п. 4.10.

4.11. Определение содержания связанного стирола и  $\alpha$ -метилстирола — по ГОСТ 24654—81, при этом допускается:

изготовление прессованной шкурки в холодном прессе при комнатной температуре, если получается шкурка с гладкой поверхностью;

изготовление шкурки на микровальцах: каучук, высушенный в соответствии с требованиями ГОСТ 24654—81 (разд. 3) вальцуют в течение 20 мин при  $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$  и снимают с валков в виде шкурки толщиной 0,5—0,7 мм.

4.12. Определение посторонних включений

150 г каучука, отобранного по п. 3.2, вальцуют в течение 3 мин при температуре  $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$  на лабораторных вальцах и снимают в виде шкурки при плотно поджатых валках.

В шкурке при визуальном просмотре ее на свету не должно быть посторонних включений.

## 6. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Брикетты или рулоны каучука упаковывают в маркированную полиэтиленовую пленку марок М, Н, Т толщиной 0,050 мм по ГОСТ 10354—82. Каучук СКМС-30АРКПН (мягкий) упаковывают в двойной слой пленки. В сварном шве по периметру брикета при упаковке его в полиэтиленовую пленку допускается один—два пропуска размером не более 50 мм каждый. Допускается упаковка в немаркированную полиэтиленовую пленку по ГОСТ 10354—82.

Затем каучук упаковывают в ящичный поддон (контейнер) массой не более 500 кг или четырехслойные бумажные мешки любой марки, кроме марки НМ по ГОСТ 2226—75, или в мешки из полиэтиленовой пленки марок М, Н, Т толщиной 0,200 мм по ГОСТ 10354—82.

Вальцованный каучук массой  $(30 \pm 1)$  или  $(40 \pm 1)$  кг упаковывают в полиэтиленовую пленку марок М, Н, Т толщиной 0,050 мм по ГОСТ 10354—82, а затем в четырехслойный бумажный или в мешки из полиэтиленовой пленки марок М, Н, Т толщиной 0,200 мм по ГОСТ 10354—82.

При упаковке каучука в бумажные мешки применяют машинную зашивку.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Масса брикетов каучука должна быть  $(30 \pm 1)$  кг. Каучук высшей категории качества должен иметь массу брикетов  $(30 \pm 0,7)$  кг.

Масса рулонов каучука высшей и первой категорий качества должна быть  $(40 \pm 1)$  кг.

5.3. Маркировка и упаковка каучука, предназначенного на экспорт, должна соответствовать требованиям заказа-наряда внешней торговой организации.

Разброс по массе брикетов в одной партии не должен превышать  $\pm 0,7$  кг.

5.4. К каждой упаковочной единице прикрепляют ярлык, на который наносят маркировку в соответствии с ГОСТ 14192—77 и следующие обозначения:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукции, марку, группу;
- номер партии и места;
- массу нетто;
- дату изготовления;
- обозначение настоящего стандарта.

Виды ярлыков, размер, место и способы их крепления к таре, а также материалы для них — по ГОСТ 14192—77.

5.5. Каучук транспортируют железнодорожным и автомобильным транспортом в крытых транспортных средствах или в универсальных контейнерах МПС грузоподъемностью 2,5 или 5,0, или 20,0 т в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Пакетирование и крепление упакованного каучука при транспортировании — по ГОСТ 21650—76 и ГОСТ 21929—76.

При перевозке ящичные поддоны с каучуком устанавливают в два ряда по ширине и в три яруса по высоте вагона. При плотной укладке в вагоне крепление ящичных поддонов не требуется.

5.6. Каучук хранят в складских помещениях штабелями, состоящими не более чем из трех поддонов по высоте.

Каучук, улакованный в мешки, хранят штабелями высотой не более 1,2 м.

Каучук должен храниться в неогнеопасном помещении при температуре не выше 30°C.

#### **6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ**

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие каучука требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

6.2. Гарантийный срок хранения каучука — один год со дня изготовления.

---

## ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНТИОКСИДАНТА (ПОЛИГАРДА) В КАУЧУКЕ

### 1. Сущность метода

Метод заключается в экстрагировании антиоксиданта из каучука спирто-толуольной смесью с последующим количественным определением содержания антиоксиданта методом «внутреннего эталона».

### 2. Аппаратура, материалы, реактивы

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка из нержавеющей стали (или стеклянная) длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм.

Весы лабораторные аналитические типа ВЛА, 2-го класса точности.

Линейка с ценой деления 1 мм.

Лупа измерительная с ценой деления 0,1 мм.

Микрошприц типа МШ-10.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1,2,15 см<sup>3</sup>.

Установка для экстрагирования, состоящая из обратного холодильника, колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> (все соединения должны быть на шлифах) и водяной бани.

Азот по ГОСТ 9293—74.

Антиоксидант АО-6 (полигард) по нормативно-технической документации.

Водород по ГОСТ 3022—80, марка А.

Воздух для питания пневматических приборов и средств автоматизации.

Дифенил по ГОСТ 13487—78.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

Толуол по ГОСТ 5789—78, ч. д. а.

Смесь этилового спирта и толуола 70 : 30 (по объему).

Фазы неподвижные: 0,1% неопентилгликольсукцината и 4% силиконового каучука марок СКТ или SE-30 или E-301 или лукопрен для хроматографии по нормативно-технической документации.

Носитель: хроматон N-AWDMCS с частицами размером 0,250—0,315 мм или инертон AW-DMDS.

### 3. Подготовка к анализу

#### 3.1. Приготовление сорбента

Сорбент готовят нанесением неподвижных фаз на носитель.

Расчетное количество неподвижной фазы растворяют в таком количестве хлороформа, чтобы носитель был полностью покрыт раствором.

Приготовленным раствором заливают взятую навеску носителя и при постоянном осторожном перемешивании выпаривают растворитель.

Навеску силиконового каучука, взятую в количестве 4% от массы носителя, растворяют в таком количестве эфира, чтобы полностью покрыть сорбент. Смоченный полученным раствором сорбент осторожно перемешивают до полного удаления эфира, после чего сушат в течение 1 ч при 60—70°C.

Приготовленный сорбент стабилизируют в токе азота (расход 50 см<sup>3</sup>/мин).

Подготовленную хроматографическую колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, сначала продувают газом-носителем.

лем при температуре 60°C в течение 30 мин. Затем температуру поднимают до 120°C и выдерживают при этой температуре еще 30 мин.

После чего газ-носитель закрывают, а температуру поднимают до 280°C, выдерживают колонку при этой температуре 4 ч, после этого включают газ-носитель и продувают колонку при этой же температуре еще 2 ч.

Колонки охлаждают до комнатной температуры и присоединяют к детектору.

### 3.2. Определение поправочного коэффициента

Для определения поправочного коэффициента прибора готовят три-четыре искусственные смеси в этиловом спирте с содержанием антиоксиданта и «внутреннего эталона» от 1,0 до 2,5%.

Полученные искусственные смеси в количестве  $1-2 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup> хроматографируют не менее трех раз.

### 3.3. Режим работы газового хроматографа

Скорость газа-носителя, см <sup>3</sup> /мин . . . . .	30—40
Температура испарителя, °С . . . . .	200±10
Температура колонки, °С . . . . .	140±10
«Внутренний эталон» . . . . .	дифенил

Поправочный коэффициент ( $K$ ) вычисляют по формуле

$$K = \frac{m \cdot S_0}{m_0 \cdot S}$$

где  $m$  — масса антиоксиданта, г;

$m_0$  — масса «внутреннего эталона», г;

$S_0$  — площадь пика «внутреннего эталона», мм<sup>2</sup>;

$S$  — площадь пика антиоксиданта, мм<sup>2</sup>.

## 4. Проведение испытания

4.1. Навеску каучука около 1 г, взятую на аналитических весах, помещают в колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> спирто-толуольной смеси и трижды экстрагируют по 30 мин с применением новой порции спирто-толуольной смеси.

В полученный экстракт добавляют 1—2 см<sup>3</sup> 1%-ного спиртового раствора дифенила и перемешивают.

$1-2 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup> раствора хроматографируют по режиму, указанному в п. 3.3. Снимают не менее трех хроматограмм. Площадь пиков антиоксиданта вычисляют как произведение его высоты на ширину, измеренную на середине высоты.

4.2. Массовую долю антиоксиданта в каучуке ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K \cdot S \cdot m_0 \cdot 100}{S_0 \cdot m}$$

где  $K$  — поправочный коэффициент (по п. 3.3);

$S$  — площадь пика антиоксиданта, мм<sup>2</sup>;

$S_0$  — площадь пика «внутреннего эталона», мм<sup>2</sup>;

$m_0$  — масса «внутреннего эталона», введенного в экстракт, г;

$m$  — масса навески каучука, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%.

Изменение № 2 ГОСТ 23492—83 Каучуки синтетические бутадиен-стирольный СКС-30АРКПН и бутадиен-метилстирольный СКМС-30АРКПН. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.10.88 № 3601

Дата введения 01.03.89

Вводная часть. Третий абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблицу 1 изложить в новой редакции (см. с. 211):

Пункт 1.6. Таблицу 2 изложить в новой редакции (см. с. 211):

*(Продолжение см. с. 210)*

209-

Пункт 3.1. Восьмой абзац дополнить словом: «кварти»; десятый абзац исключить.

Пункты 3.2, 4.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 803—77 на ГОСТ 27109—86.

Пункт 3.3. Второй абзац. Исключить слова: «эластичность по отскоку»; третий абзац. Заменить слова: «относительной остаточной деформации после разрыва» на «эластичность по отскоку».

*(Продолжение см. с. 211)*

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для каучука группы			
	I	II	III	
			высший сорт	первый сорт
1. Внешний вид	Брикетты или рулоны от светло-желтого до бежевого цвета			
2. Вязкость по Муни МБ 1+4 (100 °С)	27—37	38—47	48—58	
3. Условная прочность при растяжении, МПа (кгс/см <sup>2</sup> ), не менее	23,0 (235)	27,0 (275)	27,0 (275)	26,5 (270)
4. Относительное удлинение при разрыве, %, не менее	560		560	550
5. Эластичность по отскоку, %, не менее	33	37	38	37
6. Массовая доля органических кислот, %	5,0—7,2			
7. Массовая доля мыл органических кислот, %, не более	0,3	0,3	0,25	0,3
8. Потеря массы при сушке, %, не более	0,4; 0,8*	0,4	0,4	
9. Массовая доля золы, %, не более	0,8			
10. Массовая доля металлов, %, не более:				
меди	0,0002			
железа	0,008			
11. Массовая доля антиоксиданта АО-6 (полигарда), %	1,0—2,0			
12. Массовая доля связанного второго мономера (стирола или α-метилстирола), %	22—25			

\* При изготовлении каучука на агрегате Амдерсон.

Таблица 2

Марка каучука	Код ОКП каучука		
	брикетированного	валяцованного	рулонного
СКС-30 АРКПН			
I группы	22 943403 06	22 943403 19	22 943403 13
II группы	22 943403 07	22 943403 21	22 943403 14
III группы:			
высший сорт	22 943403 05	—	22 943403 12
первый сорт	22 943403 08	22 943403 22	22 943403 15

(Продолжение см. с. 212)

Марка каучука	Код ОКП каучука		
	брендированного	вальцованного	рулонного
СКМС-30 АРКПН			
I группы	22 943404 06	22 943404 19	22 943404 13
II группы	22 943404 07	22 943404 21	22 943404 14
III группы:			
высший сорт	22 943404 05	—	22 943404 12
первый сорт	22 943404 08	22 943404 22	22 943404 15

Пункт 4.3.1. Третий абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 3-го или 4-го класса точности с пределом взвешивания 500 г или аналогичного типа».

Пункт 4.3.3. Заменить значение: «при 100 °С» на «при температуре  $(100 \pm 1)$  °С».

Пункт 4.4. Исключить слова: «и относительной остаточной деформации после разрыва».

Пункт 4.4.2.1. Таблица 4. Четвертый абзац. Заменить слова: «марка А или Б» на «высшего и первого сорта»;

пятый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 7885—77, марка ДГ-100» на «по ГОСТ 7885—86, марка К 354».

Пункт 4.4.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Полученные листы резиновой смеси выдерживают перед вулканизацией при температуре окружающей среды не менее 4 ч. Резиновую смесь перед вулканизацией перемешивают в течение 3 мин при температуре поверхности валков  $(50 \pm 5)$  °С. Затем листы разрезают на пластины и помещают в вулканизационные формы, предварительно нагретые до  $(143 \pm 1)$  °С».

Пункт 4.4.2.3. Исключить слова: «и относительную остаточную деформацию после разрыва».

Пункт 4.5. Заменить ссылку: СТ СЭВ 108—74 на ГОСТ 27110—86;

последний абзац дополнить словами: «при этом продолжительность выдержки образцов после вулканизации перед испытанием должна быть не менее 3 ч».

Пункт 4.6 после первого абзаца изложить в новой редакции: «При вычислении органических кислот условно расчет ведут на смесь синтетических жирных кислот  $C_{14}$ — $C_{16}$  и канфоли в соотношении 1:1 или 1:3,8; для мыл органических кислот условно расчет ведут на калиевое мыло органических кислот».

Пункт 4.7. Заменить значение:  $(105 \pm 3)$  °С на  $100$ — $105$  °С.

Пункт 4.8 изложить в редакции: «4.8. Определение массовой доли золы — по ГОСТ 19816.4—74».

Пункт 4.10.2. Второй, пятый, шестой абзацы изложить в новой редакции: «Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88, 2-го и 4-го классов точности с пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа».

Колбы 1(2)—100 по ГОСТ 1770—74;

Цилиндр 2(1)—10 и 2(1)—50 по ГОСТ 1770—74»;

дополнить абзацами (после пятого): «Колбы Кн-1(2)—25 или Кн-1(2)—50 по ГОСТ 25338—82».

Пипетки 7—2—5 и 7—2—10 по ГОСТ 20292—74»;

одинадцатый абзац. Заменить слова: «раствор 0,05 г/дм<sup>3</sup> в спирто-толуольной смеси» на «по нормативно-технической документации»;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 4.10.3.1 изложить в новой редакции: «4.10.3.1. 5,6 г гидроксида калия растворяют в 100 см<sup>3</sup> этилового спирта. Раствор хранят в темном месте».

(Продолжение см. с. 213)

При появлении желтого окрашивания готовят свежий раствор.

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.10.3.1а: «4.10.3.1а. *Приготовление стандартного раствора антиоксиданта АО-6*

В предварительно взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 0,02 г антиоксиданта АО-6 и растворяют в спирто-толуольной смеси. После полного растворения объем колбы доводят до метки спирто-толуольной смесью, закрывают колбу пробкой и содержимое ее тщательно перемешивают».

Пункт 4.10.3.2. Первый абзац. Заменить значения: 0,01—0,05 г/дм<sup>3</sup> на 0,01—0,08 г/дм<sup>3</sup>;

второй абзац. Заменить слова: «в другую такую же колбу» на «в другой такой же цилиндр»;

второй, четвертый абзаца. Заменить слова: «в мерную колбу» на «в мерный цилиндр»;

пятый абзац. Заменить слова: «В другую мерную колбу» на «В другой мерный цилиндр»;

дополнить абзацем (после пятого): «При отсутствии мерных цилиндров для приготовления растворов используют пипетки».

(Продолжение см. с. 214)

*(Продолжение изменения к ГОСТ 23492—83)*

Пункт 4.11. Первый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 24654—81, при этом допускается» на «по ГОСТ 24654—81, при этом используют каучук после экстрагирования по п. 4.6. Подготовленную шкурку каучука выдерживают в рефрактометре для достижения заданной температуры не менее 5 мин»;  
второй абзац. Заменить слово: «изготовленные» на «Допускается изготовление».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.13: «4.13. При проведении контроля качества допускается применять другие средства измерения, аппаратуру, посуду, обеспечивающие точность измерения в соответствии с требованиями настоящего стандарта».

Пункт 5.1. Первый абзац. Заменить слово: «упаковке» на «упаковывании», «упаковка» на «упаковывание»;

второй абзац. Исключить слова: «кроме марки НМ»;

Пункт 5.2. Заменить слова: «высшей категории качества» на «высшего сорта» (2 раза), «первой категории качества» на «первого сорта».

Приложение. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

(ИУС № 2 1989 г.)

**Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ  
ИЗДЕЛИЯ**

**Группа Л61**

**Изменение № 3 ГОСТ 23492—83 Каучуки синтетические бутадиен-стирольный СКС-30АРКПН и бутадиен-метилстирольный СКМС-30АРКПН. Технические условия**

**Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21.11.97)**

**Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2746**

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Пункт 1.2. Таблица 1. Показатель 11. Наименование изложить в новой редакции: «11. Массовая доля антиоксиданта АО-6, или полигарда, или ВС-30А»;

таблицу 1 дополнить примечанием:

«Примечание. Тип антиоксиданта согласовывают при заключении договора между изготовителем и потребителем каучука».

Пункт 2.4. Первый абзац дополнить словами: «Метод определения — по ГОСТ 22019—85»;

третий абзац. Исключить слова: «стирола и»;

после значения  $5 \text{ мг/м}^3$  дополнить словами: «стирола —  $10 \text{ мг/м}^3$ ».

Пункт 3.1. Третий абзац. Заменить слова: «и его» на «и (или) его».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции:

«3.3. Для проверки качества каучука на соответствие требованиям на-

*(Продолжение см. с. 20)*

стоящего стандарта проводят приемосдаточные испытания по показателям: внешний вид, вязкость по Муни, потеря массы при сушке и массовая доля антиоксиданта.

По показателям условная прочность при растяжении, относительное удлинение при разрыве, эластичность по отскоку, массовая доля органических кислот и их мыл, массовая доля связанного второго мономера проводят периодические испытания на каждой десятой партии каучука.

Массовую долю золы, металлов определяют на каждой 500-й партии, но не реже двух раз в год».

Пункт 4.3.1. Шестой абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 5072—79» на «по нормативной документации»;

седьмой абзац исключить;

восьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 11358—74 на ГОСТ 11358—89.

Пункты 4.3.2.1, 4.4.1 изложить в новой редакции:

«4.3.2.1. Проверка точности установки величины зазора между валками вальцов (по свинцу) — по ГОСТ 27109—86.

4.4.1. *Оборудование и приборы*

Вальцы ЛБ 320  $\frac{160}{160}$  или ПД 320  $\frac{160}{160}$  по ГОСТ 14333—79 с фрикцией от 1 : 1,24 до 1 : 1,27 и частотой вращения медленного валка от 23 до 27,5 мин<sup>-1</sup>.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, 4-го класса с пределом взвешивания 1000 г.

Машина разрывная по ГОСТ 28840—90 или другого типа, соответствующая ГОСТ 270—75.

Нож вырубной.

Пресс вулканизационный по ГОСТ 11997—89.

Секундомер по нормативной документации.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498—90.

Термометр термоэлектрический контактный типа ТПК-1 по нормативной документации.

Толщиномер по ГОСТ 11358—89 с ценой деления 0,01 мм.

Часы сигнальные по ГОСТ 3145—84».

Пункт 4.6. Заменить ссылку: ГОСТ 19816.1—74 на ГОСТ 19816.1—91.

Пункт 4.7 изложить в новой редакции:

«4.7. Определение потери массы при сушке — по ГОСТ 19338—90».

Пункт 4.8. Заменить ссылку: ГОСТ 19816.4—74 на «ГОСТ 19816.4—91, метод В».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.10а—4.10а.5 (перед п. 4.11):

«4.10а. Определение массовой доли антиоксиданта ВС-30А

(Продолжение см. с. 21)

Метод основан на экстрагировании антиоксиданта ВС-30А из каучука этиловым спиртом, упаривании спиртового раствора с последующим хроматографическим определением ВС-30А по методу «внутреннего эталона».

4.10а.1. Приборы, посуда и реактивы

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, 2-го класса, с пределом взвешивания 200 г.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706—83 с ценой деления 0,1 мм.

Баня водяная песчаная.

Колба К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колба КН-1—100—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник ХШ-1—400—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—74.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Микрошприц типа МШ-10М, вместимостью 10 мкдм<sup>3</sup>.

Носитель твердый — хроматон N-AW-HMDS, фракция от 0,250 до 0,315 мм.

Фаза неподвижная — аниезон L.

Эйкозан, х. ч., для хроматографирования — «внутренний эталон».

Метилэтилкетон, ч. д. а., по нормативной документации.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88.

Газ-носитель: аргон по ГОСТ 10157—79 или гелий по нормативной документации.

Водород технический по ГОСТ 3022—80, марки А или высшего сорта.

Воздух сжатый.

Антиоксидант ВС-30А по нормативной документации.

4.10а.2. Подготовка к испытанию

Твердый носитель в объеме, превышающем на 10—12 % расчетный объем колонки, помещают в крутлодонную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Фазу — аниезон L в количестве 5 % от массы твердого носителя растворяют в 50 см<sup>3</sup> хлороформа и выливают в колбу с твердым носителем. После пропитки твердого носителя растворитель удаляют при нагревании на водяной бане при перемешивании до сыпучего состояния. Затем сорбентом заполняют чистую, сухую хроматографическую колонку.

Подготовленную таким образом хроматографическую колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют в потоке газа-носителя при температуре  $(60 \pm 5) ^\circ\text{C}$  в течение 30 мин, затем при температуре  $120 ^\circ\text{C}$  — 30 мин. Газ-носитель отклю-

(Продолжение см. с. 22)

чают и выдерживают колонку в течение 4 ч при температуре 240 °С, после чего включают газ-носитель и продувают колонку при этой температуре 2 ч. Затем колонку охлаждают до температуры (23±5) °С, подсоединяют к детектору и устанавливают следующие параметры хроматографического разделения:

- температура колонки — 195 °С
- температура испарителя — 280 °С
- скорость газа-носителя — 40 см<sup>3</sup>/мин.

#### 4.10а.3. Определение калибровочного коэффициента

Взвешивают 0,1 г антиоксиданта ВС-30А и 0,1 г эйкозана, растворяют в 2 см<sup>3</sup> метилэтилкетона. С помощью микрошприца вводят в испаритель хроматографа 3—5 мкдм<sup>3</sup> этого раствора и проводят хроматографирование.

Калибровочный коэффициент ( $K_x$ ) вычисляют по формуле

$$K_x = \frac{S_{ст} \cdot m_x}{S_x \cdot m_{ст}}$$

где  $S_{ст}$ ,  $S_x$  — площади пика «внутреннего эталона» (эйкозана) и антиоксиданта ВС-30А, мм<sup>2</sup>;

$m_{ст}$ ,  $m_x$  — массы «внутреннего эталона» и антиоксиданта ВС-30А, г.

#### 4.10а.4. Приготовление раствора «внутреннего эталона»

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,3 г эйкозана и растворяют его в 60—70 см<sup>3</sup> метилэтилкетона.

Затем полученный раствор в мерной колбе доводят этим же растворителем до метки и перемешивают. Полученный раствор содержит 0,003 г «внутреннего эталона» в 1 см<sup>3</sup>.

Раствор «внутреннего эталона» хранят в плотно закрытой склянке.

#### 4.10а.5. Проведение анализа

1 г мелко нарезанного каучука, взятого из пробы по п. 4.1 и взвешенного на аналитических весах, помещают в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, снабженную обратным холодильником и экстрагируют дважды по 30 мин на песчаной бане, используя на каждую экстракцию по 20 см<sup>3</sup> этилового спирта. Экстракт сливают в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, колбу с экстрагируемым каучуком ополаскивают 10 см<sup>3</sup> этилового спирта и сливают в колбу с экстрактом.

Экстракт в колбе упаривают на песчаной бане до объема 0,2 — 0,5 см<sup>3</sup>. Затем к полученному остатку приливают 2 см<sup>3</sup> раствора «внутреннего эталона», перемешивают и пробу в количестве 1—10 мкдм<sup>3</sup> с помощью микрошприца вводят в испаритель хроматографа.

(Продолжение см. с. 23)

Массовую долю антиоксиданта ВС-30А ( $X_1$ ) в каучуке вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{K_x \cdot S_x \cdot m_1 \cdot 100}{S_{ст} \cdot m_2},$$

где  $K_x$  — калибровочный коэффициент;

$S_x, S_{ст}$  — площади пиков антиоксиданта ВС-30А и «внутреннего эталона», мм<sup>2</sup>;

$m_1$  — масса введенного «внутреннего эталона», г;

$m_2$  — масса пробы каучука, взятая для анализа, г.

Вычисляют до второго десятичного знака.

(Продолжение см. с. 24)

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,1 % масс.

Результат испытания вычисляют как среднее арифметическое результатов двух определений и округляют до первого десятичного знака.

Пункт 5.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2226—75 на ГОСТ 2226—88.

Пункт 5.4. Заменить слова: «и его» на «и (или) его».

Пункт 5.5. Второй абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 21929—76 на «по ГОСТ 24597—81 и ГОСТ 26663—85».

Приложение. Раздел 2. Третий — пятый абзацы изложить в новой редакции:

«Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, 2-го класса, с пределом взвешивания 200 г.

Линейка измерительная по ГОСТ 427—75 с ценой деления 1 мм.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706—83 с ценой деления 0,1 мм».

(ИУС № 6 1999 г.)

Редактор *Н. П. Шукина*  
Технический редактор *Н. В. Белякова*  
Корректор *Г. И. Чуйко*

Сдано в наб. 06.01.80 Подл. в печ. 29.01.80 1,25 усл. п. л. 1,25 усл. кр.-отг. 1,08 уч.-изд. л.  
Тираж 12.000 Цена 5 коп.

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,  
Новоспиренский пер., д. 3.  
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Мицкевича, 12/14. Зак. 933.