МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й
С Т А Н Д А Р Т

ГОСТ ISO 7781—2013

КАУЧУК БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЙ

Определение содержания мыл и органических кислот

(ISO 7781:2008, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса», Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2013 г. № 59-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 7781:2008 Styrene-butadiene rubber, raw — Determination of soap and organic-acid contents (Бутадиен-стирольный каучук. Определение содержания мыла и органических кислот).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 2 «Испытания и анализ» технического комитета ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 марта 2014 г. № 250-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 7781—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Реактивы 2
5 Аппаратура 2
6 Отбор и подготовка проб 3
7 Проведение испытания 3
8 Оформление результатов 4
9 Протокол испытания 5
Приложение А (справочное) Определение смол 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 7

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КАУЧУК БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЙ

Определение содержания мыл и органических кислот

Raw styrene-butadiene rubber.
Determination of soaps and organic-acids content

Дата введения — 2016—01—01

Предупреждение — Пользователи настоящего стандарта должны обладать навыками практической работы в лаборатории. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья, а также за соблюдение требований национального законодательства.

Предупреждение — При выполнении некоторых процедур, установленных настоящим стандартом, могут использоваться или образовываться вещества, или образовываться отходы, представляющие опасность для окружающей среды. Следует руководствоваться соответствующей документацией по безопасному обращению с веществами, утилизации отходов.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы (А и В) определения содержания мыл и органических кислот в бутадиен-стирольном каучуке (SBR). Метод А предусматривает титрование с использованием индикатора, метод В — титрование с использованием автоматического титратора или pH-метра.

Методы основаны на экстракции органических кислот и мыл из каучука с помощью определенного растворителя. Поэтому на практике удобно определять содержание органических кислот и мыл в отдельных порциях одного и того же экстракта. Поскольку в каучуке присутствуют не только мыла и органические кислоты, но и другие химические соединения, данный метод позволяет определить приблизительное значение содержания мыл и органических кислот.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 385 Laboratory glassware — Burettes (Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки)

ISO 648 Laboratory glassware — Single volume pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой)

ISO 1042 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой)

ISO 1795 Rubber, raw natural and raw synthetic — Sampling and further preparative procedures (Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры)

ISO 4799 Laboratory glassware — Condensers (Посуда лабораторная стеклянная. Холодильники)

Издание официальное

3 Сущность метода

Взвешенную пробу каучука, нарезанного на тонкие полоски, экстрагируют азеотропной смесью этанола и толуола или смесью этанола, толуола и воды — для каучука, коагулированного квасцами. После доведения до стандартного объема отбирают аликвоту экстракта и титруют стандартизованным раствором кислоты для определения содержания мыл или стандартизованным раствором щелочи для определения содержания органических кислот.

4 Реактивы

Используют реактивы известной аналитической степени чистоты, а также дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты. Используют имеющиеся в продаже буферные растворы аналитической степени чистоты с известным значением pH или, если в продаже отсутствуют буферные растворы, готовят необходимые растворы (4.6, 4.7 и 4.8).

4.1 Азеотропная смесь этанола и толуола (ЕТА)

Смешивают 7 объемов абсолютного этанола с 3 объемами толуола. Допускается смешивать 7 объемов технического этанола с 3 объемами толуола, а затем в течение 4 ч кипятить смесь с безводным оксидом кальция (известью) в колбе с обратным холодильником. Полученный раствор охлаждают до температуры окружающей среды и фильтруют через фильтровальную бумагу № 42.

4.2 Смесь этанола, толуола и воды

Смешивают 95 $см^3$ ЕТА (4.1) и 5 $см^3$ воды.

4.3 Раствор гидроксида натрия

Точно стандартизованный раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 $моль/дм^3$.

4.4 Тимоловый синий индикатор

Растворяют 0,06 г тимолового синего в 6,45 $см^3$ раствора гидроксида натрия с концентрацией 0,02 $моль/дм^3$ и доводят водой до объема 50 $см^3$.

4.5 Соляная кислота

Точно стандартизованный раствор с концентрацией c (HCl) = 0,05 $моль/дм^3$.

4.6 Буферный раствор с номинальным значением pH 7

Растворяют 3,40 г дигидрофосфата калия (KH_2PO_4) и 3,55 г гидрофосфата натрия (Na_2HPO_4) в воде и доводят объем в мерной колбе до 1000 $см^3$. Приготовленный раствор имеет pH 6,87 при температуре 23 °С.

Хранят раствор в химически стойком стеклянном или полиэтиленовом сосуде.

Примечание — В продаже имеется буферный раствор с pH 7.

4.7 Буферный раствор с номинальным значением pH 4

Растворяют 10,21 г гидрофталата калия ($HOOCC_6H_4COOK$) в воде и доводят объем в мерной колбе до 1000 $см^3$. Приготовленный раствор имеет pH 4,00 при температуре 23 °С.

Хранят раствор в химически стойком стеклянном или полиэтиленовом сосуде.

Примечание — В продаже имеется буферный раствор с pH 7.

4.8 Буферный раствор с номинальным значением pH 9

Растворяют 3,814 г декагидрата тетрабората натрия ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) в воде и доводят объем в мерной колбе до 1000 $см^3$. Приготовленный раствор имеет pH 9,20 при температуре 23 °С.

Хранят раствор в химически стойком стеклянном или полиэтиленовом сосуде с трубкой, заполненной натронной известью, для улавливания углекислого газа. Раствор пригоден в течение месяца.

Примечание — В продаже имеется буферный раствор с pH 9.

5 Аппаратура

5.1 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 1 мг.

5.2 Электроплитка.

5.3 Широкогорлая коническая колба вместимостью 400—500 $см^3$.

5.4 Мерная колба вместимостью 250 см^3, соответствующая требованиям ISO 1042.

5.5 Обратный холодильник, соответствующий требованиям ISO 4799.

5.6 Коническая колба вместимостью 250 см^3.

Примечание — Допускается вместо обратного холодильника и конической колбы использовать экстрактор Сокслета.

5.7 Бюретка вместимостью 25 см^3, соответствующая требованиям ISO 385.

5.8 Пипетка вместимостью 100 см^3, соответствующая требованиям ISO 648.

5.9 Автоматический титратор или pH-метр с каломельным и стеклянным электродами, обеспечивающие точность отсчета до 10 мВ или 0,1 единицы pH.

5.10 Магнитная мешалка со стержнем, покрытым политетрафторэтиленом.

6 Отбор и подготовка проб

Отбирают и подготавливают 2—6 г вальцованного каучука по ISO 1795. Разрезают каучук на кусочки размером не более 2 × 2 мм или полоски длиной не более 10 мм и шириной не более 5 мм, затем взвешивают пробу массой приблизительно 2 г с точностью до 0,001 г.

7 Проведение испытания

7.1 Приготовление раствора для испытания

Помещают круглую фильтровальную бумагу на дно широкогорлой конической колбы (5.3) и добавляют 100 см^3 экстрагирующего растворителя ЕТА (4.1) для всех каучуков, кроме каучуков, коагулированных квасцами. Для каучуков, коагулированных квасцами, следует использовать смесь этанола, толуола и воды (4.2).

Каучук, нарезанный кусочками (полосками), помещают в колбу, встряхивая ее после добавления каждого кусочка (полоски) так, чтобы они хорошо пропитались растворителем и их слипание было минимальным.

Присоединяют обратный холодильник (5.5) к колбе и очень осторожно кипятят содержимое в течение 1 ч.

Переносят экстракт в мерную колбу (5.4) и обрабатывают каучук второй порцией экстрагирующего растворителя объемом 100 см^3, выполняя кипячение с обратным холодильником в течение 1 ч. Добавляют вторую порцию экстракта в ту же мерную колбу. Последовательно промывают кусочки (полоски) каучука тремя порциями экстрагирующего растворителя объемом по 10 см^3 каждая, добавляют растворитель, используемый для промывания, в мерную колбу и после охлаждения до температуры окружающей среды доводят содержимое до конечного объема 250 см^3 соответствующим экстрагирующим растворителем.

Допускается взвешенные кусочки (полоски) каучука заворачивать в фильтровальную бумагу и помещать в экстрактор Сокслета (см. примечание к 5.6), а затем экстрагировать не менее 4 ч с использованием ЕТА (4.1) или смеси этанола, толуола и воды (4.2) с обратным холодильником.

7.2 Метод А — титрования с использованием индикатора

7.2.1 Определение содержания мыл

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 (5.6) после тщательного перемешивания переносят пипеткой 100 см^3 разбавленного экстракта, добавляют шесть капель тимолового синего индикатора (4.4) и титруют аликвоту раствором соляной кислоты (4.5) до первого изменения цвета (V_1).

Проводят холостое титрование 100 см^3 растворителя, используемого для экстракции при испытаниях, используют тот же индикатор, что и для титрования исследуемой аликвоты экстракта (V_2).

7.2.2 Определение содержания органических кислот

Выполняют процедуры, приведенные в 7.2.1, но титруя аликвоту раствором гидроксида натрия (4.3) и используя тимоловый синий индикатор (4.4) (V_3).

Проводят холостое титрование 100 см^3 экстрагирующего растворителя, выполняя те же процедуры, как при определении содержания мыл (V_4).

7.3 Метод В — титрование с использованием автоматического титратора или pH-метра

7.3.1 Определение содержания мыл

Включают автоматический титратор или pH-метр (5.9) и ожидают стабилизации электронной цепи. Температура, показываемая индикатором термокомпенсатора, должна быть такой же, как температура раствора для испытания.

Автоматический титратор или pH-метр калибруют, используя буферный раствор с номинальным значением pH 7 (4.6) и буферный раствор с номинальным значением pH 4 (4.7).

В лабораторный стакан вместимостью 250 см^3 со стержнем для перемешивания пипеткой добавляют 100 см^3 раствора для испытания, затем устанавливают лабораторный стакан на магнитную мешалку (5.10). Помещают стеклянный и каломельный электрод в лабораторный стакан с раствором для испытания. Титруют при перемешивании раствор для испытания раствором соляной кислоты (4.5) до pH 4,8, замедляя скорость титрования вблизи точки эквивалентности. Регистрируют объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование до точки эквивалентности (V_1).

Проводят холостое титрование 100 см^3 экстрагирующего растворителя, используя вышеописанную методику (V_2).

7.3.2 Определение содержания органических кислот

Калибруют автоматический титратор или pH-метр, используя буферный раствор с номинальным значением pH 7 (4.6) и буферный раствор с номинальным значением pH 9 (4.8).

Выполняют процедуры по 7.3.1, титруя аликвоты раствором гидроксида натрия (4.3) до pH 11,5, замедляя скорость титрования вблизи точки эквивалентности. Регистрируют объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование до точки эквивалентности (V_3).

Проводят холостое титрование 100 см^3 экстрагирующего растворителя, используя вышеописанную методику (V_4).

8 Оформление результатов

8.1 Вычисляют массовую долю мыл w_s, %, по формуле

$$w_s = \frac{0{,}25(V_1 - V_2)c_1K_s}{m}, \qquad (1)$$

где V_1 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование экстракта из каучука, см^3;

V_2 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный при холостом титровании, см^3;

c_1 — действительная концентрация раствора соляной кислоты (4.5), моль/дм^3;

K_s — коэффициент, значение которого выбирают в зависимости от вещества, по которому ведут вычисление, из следующих значений:

- 306, если содержание мыл вычисляют по стеарату натрия;
- 368, если содержание мыл вычисляют по резинату натрия;
- 337, если содержание мыл вычисляют по смеси стеарата и резината натрия в соотношении 50:50;
- 322, если содержание мыл вычисляют по стеарату калия;
- 384, если содержание мыл вычисляют по резинату калия;
- 353, если содержание мыл вычисляют по смеси стеарата и резината калия в соотношении 50:50;
- 345, если содержание мыл вычисляют по смеси стеарата натрия и резината калия или резината натрия и стеарата калия в соотношении 50:50;

m — масса пробы каучука, г.

Примечание — Поскольку в каучуке присутствуют не только мыла, но и другие химические соединения, значение K_s позволяет определить только их приблизительное содержание. Метод определения смолы приведен в приложении А.

8.2 Вычисляют массовую долю органических кислот w_0, %, по формуле

$$w_0 = \frac{0{,}25(V_3 - V_4)c_2K_0}{m}, \qquad (2)$$

где V_3 — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный при титровании раствора для испытаний, см^3;

V_4 — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный при холостом титровании, см^3;

c_2 — действительная концентрация раствора гидроксида натрия (4.3), моль/дм^3;

m — масса навески каучука, г;

K_0 — коэффициент, значение которого выбирают в зависимости от вещества, по которому ведут вычисление, из следующих значений:

- 284, если содержание кислот вычисляют по стеариновой кислоте;
- 346, если содержание кислот вычисляют по смоляной кислоте;
- 315, если содержание кислот вычисляют по смеси стеариновой и смоляной кислот в соотношении 50:50.

Примечание — Поскольку в каучуке присутствуют не только органические кислоты, но и другие химические соединения, значение K_0 позволяет определить только их приблизительное содержание. Метод определения смолы приведен в приложении А.

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) метод испытания:

1) обозначение настоящего стандарта;

2) используемый метод (А или В);

c) подробную информацию о любом отклонении от метода настоящего стандарта;

d) результат испытания:

1) вычисленное содержание мыл (8.1) и/или содержание органических кислот (8.2), а также значение K_s и/или K_0;

2) дату проведения испытания.

Приложение А
(справочное)

Определение смол

А.1 Реактивы

А.1.1 Уксусный ангидрид.

А.1.2 Раствор серной кислоты.

Осторожно добавляют 65 г серной кислоты (ρ_{20} = 1,84 г/см^3) к 35 г воды и тщательно перемешивают.

А.1.3 Раствор перманганата калия концентрацией *c* ($KMnO_4$) = 0,0002 моль/дм^3.

А.2 Проведение испытания

Смешивают небольшую часть пробы с приблизительно 3 см^3 уксусного ангидрида (А.1.1). Добавляют две капли раствора серной кислоты (А.1.2). Реакция на наличие смол будет положительной, если смесь приобретет нестойкую фиолетовую окраску, которая в момент максимальной интенсивности ярче окраски раствора перманганата калия.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 385:2005 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки	NEQ	ГОСТ 29252—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ISO 648:2008 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой	—	*
ISO 1042:1998 Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой	NEQ	ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ISO 1795:2007 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры	NEQ	ГОСТ ИСО 1795—96 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры
ISO 4799:1978 Посуда лабораторная стеклянная. Холодильники	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в национальном органе по стандартизации.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 678.762.2:543.241:006.354 МКС 83.040.10 IDT

Ключевые слова: каучук бутадиен-стирольный, мыла, органические кислоты, метод определения

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.05.2014. Подписано в печать 05.06.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 43 экз. Зак. 2226.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru