УДК 678.5.001.4

Издание официальное

СССР

Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 11233—65

ПЛАСТМАССЫ

Методы определения содержания свободного аммиака и аммиачных соединений

Plastics. Methods for the determination of free ammonia content and ammonium compounds

Группа Л29

Настоящий стандарт распространяется на фенолоформальдегидные формованные изделия и устанавливает качественный и полуколичественный методы определения свободного аммиака и аммиачных соединений.

Сущность качественного метода состоит в определении свободного аммиака и аммиачных соединений, выделяемых измельченным образцом фенолоформальдегидного формованного изделия, универсальной индикаторной бумагой с pH 1—10.

Сущность полуколичественного метода состоит в колориметрическом определении (при помощи реактива Несслера) количества свободного аммиака, содержащегося в дистилляте, отогнанном из щелочного водного экстракта измельченного изделия.

Точность метода находится в пределах ±1,5%.

1. КАЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОД

1.1. Аппаратура и реактивы

1.1.1. При качественном методе определения свободного аммиака и аммиачных соединений применяется следующая аппаратура и реактивы:

колба коническая по ГОСТ 10394—63, тип КнНШ, вместимостью 50 *мл*;

бумага индикаторная универсальная, pH 1—10; сито с сеткой № 02 по ГОСТ 6613—53;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

1.2. Подготовка к испытанию

1.2.1. Образец изделия измельчают в порошок, при этом следует тщательно следить за тем, чтобы избежать перегрева измельчаемого материала.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Цена 2 коп.

Внесен Государственным комитетом химической промышленности при Госплане СССР

Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 19/IV 1965 г.

Срок введения 1/I 1966 г.

gost.e-ecolog.ru

Измельченный порошок просеивают через сито с сеткой № 02.

Просеянный порошок немедленно проверяют на содержание свободного аммиака и аммиачных соединений.

1.3. Проведение испытания

1.3.1. Около 1 *г* просеянного порошка помещают в колбу, которую быстро закрывают пробкой, при этом между горлом колбы и пробкой помещают полоску универсальной реактивной бумаги, смоченной дистиллированной водой. Реактивная бумага не должна соприкасаться с образцом. После 30-минутной выдержки колбу открывают и внимательно осматривают реактивную бумагу.

В присутствии аммиака реактивная бумага окрашивается в зеленовато-синий цвет.

2. ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОД

2.1. Аппаратура и реактивы

2.1.1. При определении содержания аммиака и аммиачных соединений применяют следующую аппаратуру и реактивы:

цилиндры колориметрические стеклянные по ГОСТ 298—62, тип ЦКМ;

колба коническая по ГОСТ 10394—63, тип КнНШ, вместимостью 250 *мл*;

колба для перегонки (Вюрца) по ГОСТ 10394, тип ПКВ, вместимостью 100 *мл*;

колба мерная с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770—64, тип I, вместимостью 1000 *мл*;

цилиндр измерительный с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770—64, вместимостью 50 *мл*;

пипетки по ГОСТ 1770—64, типы I и II, вместимостью 10 *мл*;

микропипетка по ГОСТ 1770—64, тип III, вместимостью 1 *мл*;

холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 9499—60, тип I;

алонж по ГОСТ 9425—60;

насадка дистилляционная по ГОСТ 9425—60;

воронка стеклянная по ГОСТ 8613—64;

сито с сеткой № 02 по ГОСТ 6613—53;

бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 7246—54;
калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—48, «ч. д. а.»;
натр едкий по ГОСТ 4328—48, «ч. д. а.», 2%-ный раствор;
реактив Несслера по ГОСТ 4517—65;
крахмал растворимый по ГОСТ 10163—62, 1%-ный раствор;
кислота серная по ГОСТ 4204—48, «х. ч.», 10%-ный раствор;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53, освобожденная от аммиака; готовят следующим образом: к 1 *л* дистиллированной воды добавляют 5 *мл* 10%-ного водного раствора серной кислоты и подвергают перегонке. Первый отгон в количестве 100—200 *мл* выливают, а следующие порции по 100 *мл* проверяют реактивом Несслера на содержание аммиака. При отрицательной реакции чистую воду собирают в приемник:
аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60, стандартный водный раствор; готовят следующим образом: 0,3144 *г* хлористого аммония, предварительно высушенного при температуре 100—105°С, взвешивают с точностью до 0,0002 *г* и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 *мл*, растворяют в дистиллированной воде, хорошо перемешивают и доводят объем до метки (раствор *А*); 1 *мл* приготовленного раствора содержит 0,1 *мг* аммиака.

Из раствора *А* приготовляют колориметрическую шкалу. Для этого отбирают микропипеткой раствор *А* в количестве 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 *мл* и т. д., вносят в колориметрические цилиндры, добавляют в каждый цилиндр по 2 *мл* реактива Несслера, доводят дистиллированной водой (свободной от аммиака) до 50 *мл* и перемешивают.

Полученные растворы содержат следующее количество аммиака: 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 *мг* и т. д. в 50 *мл* раствора.

Эти растворы неустойчивы и поэтому пригодны только в течение 1 суток.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. Образец фенолоформальдегидного формованного изделия измельчают в порошок, при этом следует тщательно следить за тем, чтобы избежать перегрева измельченного материала.

Измельченный материал просеивают через сито с сеткой № 02.

Просеянный порошок хранят в банке с пришлифованной пробкой не более 1 *ч*.

2.2.2. В коническую плоскодонную колбу вместимостью 250 *мл* помещают 5 или 10 *г* испытуемого порошка, взвешенного с точностью до 0,01 *г*, заливают десятикратным количеством дистиллированной воды, свободной от аммиака и нагретой до 90—100°С. Колбу закрывают пробкой и встряхивают для того, чтобы равномерно смочить весь порошок.

Колбу с содержимым оставляют для охлаждения при комнатной температуре в течение 1 *ч*, периодически встряхивая ее. После охлаждения содержимое колбы профильтровывают без отсоса через фильтр в сухую колбу.

2.3. Проведение испытания

2.3.1. В цилиндр вместимостью 50 *мл* вносят 23 *мл* дистиллированной воды, освобожденной от аммиака, и 2 *мл* реактива Несслера.

2.3.2. 10 *мл* фильтрата, полученного согласно п. 2.2.2 и соответствующего 1 *г* порошка, пипеткой вносят в колбу Вюрца и добавляют 0,1 *г* марганцовокислого калия.

Колбу устанавливают на колбонагреватель или газовую горелку, присоединяют к холодильнику, соединенному с алонжем. Алонж вводят в цилиндр с подготовленным раствором, чтобы конец его находился под слоем жидкости.

После того как вся установка будет подготовлена, в колбу Вюрца добавляют 10 *мл* 2%-ного раствора едкого натра, колбу закрывают пробкой, включают колбонагреватель и проводят медленную дистилляцию, регулируя скорость дистилляции нагревом до тех пор, пока уровень жидкости в приемном цилиндре не достигнет 42—45 *мл*, так как количество отогнанного дистиллята должно быть около 15 *мл*.

2.3.3. Перед проведением дистилляции нужно очистить аппаратуру от следов аммиака. Это осуществляется путем перегонки в ней дистиллированной воды до тех пор, пока добавление 2 *мл* реактива Несслера к 50 *мл* дистиллята не будет вызывать изменение цвета.

2.3.4. После окончания дистилляции цилиндр отделяют от прибора, доводят общий объем раствора до 50 *мл*, добавляя дистиллированную воду, освобожденную от аммиака.

Содержимое цилиндра взбалтывают, переливают в чистый сухой колориметрический цилиндр и определяют процентное содержание аммиака путем сопоставления с цветом одного из ряда растворов колориметрической шкалы.

Если для приготовления растворов колориметрической шкалы были использованы мерные цилиндры вместимостью 50 *мл*, то определяют процентное содержание аммиака путем сравнения цвета раствора, полученного в мерном цилиндре, без перенесения его в колориметрический цилиндр.

2.3.5. Если в исследуемом образце содержится аммиака больше, чем в стандартном растворе, то 10 *мл* фильтрата предварительно нужно разбавить в требуемой пропорции и далее вести определение согласно пп. 2.3.2 и 2.3.3.

2.4. Подсчет результатов испытания

2.4.1. Количество свободного аммиака и аммиачных соединений в пересчете на аммиак в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{SD \cdot 100}{G \cdot 1000},$$

где:

S — количество аммиака в стандартном растворе, соответствующем цвету испытуемого образца, в *мг*;

D — коэффициент разбавления (если фильтрат разбавлен перед дистилляцией согласно п. 2.3.5);

G — навеска, равная 1 *г* образца.

2.4.2. Запись результатов испытания оформляют протоколом, в котором указывают:

а) наименование изделия и марку материала;

б) наименование предприятия-изготовителя;

в) результаты испытания;

г) дату испытания;

д) номер настоящего стандарта.

2.4.3. При проведении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности.

Издательство стандартов. Москва, К-1, ул. Щусева, 4.
Сдано в наб. 27/IV—65 г. Подп. к печ. 6/V—65 г. 0,375 п. л. Тир. 6000.
Тип. «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1149

Изменение № 1 ГОСТ 11233—65 Пластмассы. Методы определения содержания свободного аммиака и аммиачных соединений

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.08.84 № 2955 срок введения установлен

с 01.01.85

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2209.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на $см^3$.

Вводная часть. Заменить слова и ссылки: «рекомендации ИСО Р 172—61 и Р 120—59» на «МС ИСО 120—77 и МС ИСО 172—78».

Пункт 1.1.1 изложить в новой редакции: «1.1.1. Колба Кн-1—50 по ГОСТ 25336—82.

Бумага индикаторная универсальная с pH 1—10.

Сито с сеткой полутомпаковой № 02 по ГОСТ 6613—73.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72».

Пункт 2.1.1. Второй — тринадцатый абзацы изложить в новой редакции: «цилиндры колориметрические или цилиндры 2—50 по ГОСТ 1770—74;

колба Кн-1—250 по ГОСТ 25336—82;

колба КРН-100 по ГОСТ 25336—82;

колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74;

(Продолжение см. стр. 178)

пипетки 2—2—10, 6—2—10, 4—2—1 по ГОСТ 20292—74;
холодильник ХПТ-3—300 по ГОСТ 25336—82;
аллонж АИ по ГОСТ 25336—82;
воронка по ГОСТ 25336—82;
сито с сеткой полутомпаковой № 02 по ГОСТ 6613—73;
бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76»;
заменить слова: «натр едкий» на «натрия гидроокись».

Пункты 2.4, 2.4.1 изложить в новой редакции:

«2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю свободного аммиака и аммиачных соединений в пересчете на аммиак в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot D \cdot 100}{m_1 \cdot 1000},$$

где m — масса аммиака в стандартном растворе, соответствующем цвету испытуемого образца, мг;

D — коэффициент разбавления (если фильтрат разбавлен перед дистилляцией по п. 2.3.5);

m_1 — масса навески, равная 1 г образца».

Пункт 2.4.2. Исключить буквенную нумерацию подпунктов.

(ИУС № 12 1984 г.)

gost.e-ecolog.ru