МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ НАФТАМА-2 В САЖЕМАСЛО- И МАСЛОНАПОЛНЕННЫХ КАУЧУКАХ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.762.2.001.4 : 006.354 Группа Л69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ

Метод определения массовой доли нафтама-2 в сажемасло- и маслонаполненных каучуках

ГОСТ 19920.8—74*

Stereoregular butadiene synthetic rubbers. Method for determination of naphtham-2 mass percentage in oil-black-and oil-extended rubbers

ОКСТУ 2209

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 июля 1974 г. № 1689 дата введения установлена с 01.01.75

Снято ограничение срока действия Постановлением Госстандарта от 28.11.91 № 1834

Настоящий стандарт распространяется на бутадиеновые стереорегулярные синтетические каучуки и устанавливает метод определения содержания нафтама-2 в сажемасло- и маслонаполненных каучуках.

Метод основан на экстрагировании из каучука нафтама-2 водно-ацетоновой смесью и фотометрическом определении в экстракте окрашенного азосоединения, образующегося при взаимодействии нафтама-2 с соляно-кислым *п*-нитробензолдиазонием.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения содержания нафтама-2 применяют:

фотоэлектроколориметр;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, концентрированную;

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, х. ч., 0,1 %-ный раствор;

нафтам-2 по ГОСТ 39—79, очищенный;

п-нитроанилин, реактив;

спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87;

ацетон по ГОСТ 2603—79;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

весы лабораторные по ГОСТ 24104—88, 2 и 4-го классов наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 г;

плитку электрическую по ГОСТ 14919—83 закрытого типа;

баню водяную;

колбу Кн-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82;

холодильники воздушные по ГОСТ 8682—93 с длиной трубки 1200 мм, диаметром 12 мм, керн 29/32;

эксикатор по ГОСТ 25336—82.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Издание (июль 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1984 г., сентябре 1992 г. (ИУС 9—84, 12—92)*

© Издательство стандартов, 1974
© ИПК Издательство стандартов, 2000

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Приготовление 0,2 %-ного раствора солянокислого *п*-нитроанилина

2 г *п*-нитроанилина взвешивают на весах 4-го класса. Навеску помещают в химический стакан и заливают 20 см^3 соляной кислоты, тщательно растирают стеклянной палочкой желтые кристаллы до их осветления. Затем добавляют дистиллированную воду, продолжая размешивать до полного растворения кристаллов.

Полученный раствор разбавляют до 1 дм^3 дистиллированной водой.

2.2. Приготовление раствора хлористого *п*-нитробензолдиазония

Раствор азотнокислого натрия с массовой долей 0,1 % перед испытанием смешивают с раствором солянокислого *п*-нитроанилина с массовой долей 0,2 % в соотношении 1 : 1 по объему в количестве, необходимом для испытания.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.3. Приготовление очищенного нафтама-2

Около 5 г нафтама-2 помещают в колбу, наливают 25 см^3 этилового спирта. Колбу присоединяют к воздушному холодильнику и помещают в горячую воду.

После того, как раствор закипит, колбу отсоединяют и горячий раствор фильтруют под вакуумом через воронку Бюхнера в склянку Бунзена. Содержимое склянки Бунзена переносят в стакан, помещенный в холодную воду.

После выпадения кристаллов нафтама-2 спирт сливают, а кристаллы растворяют в 20 см^3 спирта, повторяя ту же операцию нагревания, только без фильтрования. Выпавшие кристаллы переводят на фильтровальную бумагу и сушат в вакуум-эксикаторе до постоянной массы таким образом, чтобы расхождение при двух последовательных взвешиваниях не превышало 0,0004 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Приготовление контрольного раствора нафтама-2

Около 0,025 г очищенного нафтама-2, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в мерной колбе в 250 см^3 этилового спирта. 1 см^3 контрольного раствора содержит 0,0001 г нафтама-2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5. Приготовление водноацетоновой смеси

Смешивают 50 объемов ацетона с 50 объемами воды.

2.6. Приготовление экстракта каучука

0,5 г мелконарезанного каучука, отобранного от объединенной пробы, приготовленной по п. 4.3 ГОСТ 27109—86, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и помещают в колбу, содержащую 25 см^3 водно-ацетоновой смеси, присоединяют воздушный холодильник и кипятят на водяной бане в течение 30 мин. Экстрагирование повторяют еще три раза, сливая экстракты в одну и ту же мерную колбу вместимостью 100 см^3. После охлаждения экстракт в мерной колбе доводят до метки ацетоновой смесью и хорошо перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. 5 см^3 экстракта (для маслонаполненных — 2 см^3) переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, наполовину наполненную спиртом. Туда же наливают 2 см^3 раствора хлористого *п*-нитробензолдиазония. После перемешивания колбу оставляют в темноте 10 мин, после этого доливают спиртом до метки и оптическую плотность полученного раствора измеряют на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя 30 мм и зеленым светофильтром.

Для сравнения используют кюветы с дистиллированной водой.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 наливают из бюретки 0,5; 1,0; 1,5 см^3 и т. д. контрольного раствора нафтама-2, добавляют в них по 25 см^3 этилового спирта и по 2 см^3 раствора хлористого *п*-нитробензолдиазония. Колбы оставляют в темноте на 10 мин, а затем в них наливают до метки этиловый спирт. После перемешивания оптическую плотность полученных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре в условиях, указанных выше. Строят градуировочный график, откладывая на оси ординат показания прибора, а на оси абсцисс — содержание нафтама-2 в граммах.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю нафтама-2 (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 5},$$

где a — количество нафтама-2, найденное по градуировочному графику, г;

m — масса навески каучука, г;

$\frac{100}{5}$ — разбавление пробы.

Если применяемый для испытания этиловый спирт дает окраску с хлористым *п*-нитробензолдиазонием, в кюветы сравнения следует наливать раствор контрольного опыта, проведенного с реактивами в условиях испытания.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,05 абс. %.

Чувствительность метода 0,05 абс. %.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 22.06.2000. Подписано в печать 22.08.2000. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,35.
Тираж 100 экз. С 5679. Зак. 742.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru