

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ФЕНИЛ-β-НАФТИЛАМИНА (НАФТАМА-2)

ГОСТ 19816.3—89
(СТ СЭВ 985—88)

Издание официальное

3 коп. БЗ 5—89/362

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.7.001.4 : 006.354 Группа Л69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Методы определения массовой доли фенил-β-нафтиламина (нафтама-2)

ГОСТ 19816.3—89

Synthetic rubbers. Methods for determination of phenyl-β-naphthylamine (naphtham-2) fraction of total mass

(СТ СЭВ 985—88)

ОКСТУ 2209

Срок действия с 01.06.90
до 01.01.97

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на синтетические каучуки, заправленные стабилизатором фенил-β-нафтиламином, и устанавливает методы определения его массовой доли:

в экстракте каучука — метод А;

в растворе каучука — метод Б.

Метод заключается в колориметрировании окрашенного азосоединения, образующегося при взаимодействии фенил-β-нафтиламина с хлористым *п*-нитробензолдиазонием.

1. МЕТОД А

1.1. Отбор проб

Отбор проб проводят по ГОСТ 27109, если в нормативно-технической документации на конкретные виды каучука не указан другой способ.

1.2. Аппаратура и реактивы

Спектрофотометр.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания свыше 200 до 500 г.

Баня водяная.

Колбонагреватель.

Эксикатор 1—140(190) по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера 1(2) по ГОСТ 9147.

Колба 1—100(250) по ГОСТ 25336.

Бюретка 6—2—5 или 7—2—10 по ГОСТ 20292.

Стакан Н-1—100 ТХС или В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

Колба Кн-1—50(100) ТС или К-1—50(100) ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-1(2) ХС или ХШ-1(2) ХС по ГОСТ 25336 или воздушный холодильник с взаимозаменяемыми конусами длиной 120 мм и диаметром 10—12 мм.

Колбы 2—50—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—2, 2—2—5 и 2—2—20 по ГОСТ 20292.

Цилиндры 1(3)—25 по ГОСТ 1770.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Толуол по ГОСТ 5789.

Фенил-β-нафтиламин (нафтам-2) по ГОСТ 39.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х.ч., раствор с массовой долей *п*-нитроанилина 0,1%, ч.д.а.

1.3. Подготовка к испытанию

1.3.1. *Приготовление раствора с массовой долей солянокислого п-нитроанилина* 0,2%

(2±0,02) г *п*-нитроанилина, взвешенного на весах 4-го класса, помещают в стакан, наливают 20 см³ соляной кислоты и тщательно растирают стеклянной палочкой желтые кристаллы. После этого раствор нагревают до 50—60° С, при постоянном перемешивании добавляют дистиллированную воду до полного растворения кристаллов, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят его объем до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в темной склянке в течение 6 мес.

1.3.2. *Приготовление очищенного фенил-β-нафтиламина*

(5±0,1) г продукта, взвешенного на весах 4-го класса, помещают в плоскодонную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 25 см³ этилового спирта, колбу присоединяют к холодильнику и помещают на водяную баню. После того как раствор закипит, колбу отсоединяют и горячий раствор фильтруют под вакуумом через воронку Бюхнера в склянку Бунзена. Содержимое колбы Бунзена переносят в химический стакан, помещенный в холодную воду. После выпадения кристаллов фенил-β-нафтиламина спирт сливают из стакана. Кристаллы растворяют еще раз в 20 см³ спирта, повторяя операцию нагревания без фильтрования. Вновь выпавшие кристаллы переносят на фильтровальную бумагу и сушат в вакуум-эксикаторе до постоянной массы таким образом, чтобы расхождение результатов двух последовательных взвешиваний не превышало 0,0004 г.

1.3.3. *Приготовление 0,15%-ного раствора хлористого п-нитробензолдиазония*

0,1% раствор азотистокислого натрия смешивают перед испытанием с раствором солянокислого *п*-нитроанилина с массовой долей

0,2% в соотношении 1 : 1 (по объему) в количестве, необходимом для проведения испытания.

1.3.4. *Приготовление стандартного раствора фенил-β-нафтиламина*

0,025 г очищенного фенил-β-нафтиламина, взвешенного на весах 2-го класса, растворяют в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 250 см³.

Полученный раствор содержит 0,0001 г фенил-β-нафтиламина в 1 см³.

1.3.5. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ наливают из микробюретки 1, 2, 3, 4 и 5 см³ стандартного раствора фенил-β-нафтиламина, добавляют в них по 20 см³ этилового спирта и по 2 см³ хлористого *п*-нитробензолдиазония. Колбы закрывают пробками, хорошо перемешивают их содержимое и оставляют на 10 мин. Затем объемы растворов в колбах доводят до метки спиртом, закрывают притертыми пробками и хорошо перемешивают. Полученные растворы колориметрируют на спектрофотометре при длине волны (540± ±10) нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 10 мм.

В качестве раствора сравнения применяют этиловый спирт.

Градуировочный график строят в системе координат, откладывая по оси абсцисс количество фенил-β-нафтиламина, содержащееся в каждом из растворов в граммах, а на оси ординат — соответствующее ему значение оптической плотности.

График проверяют каждые 3 мес. При использовании новых реактивов строят новый градуировочный график. Если применяемый спирт вызывает окраску с хлористым *п*-нитробензолдиазонием, в качестве раствора сравнения применяют контрольный раствор, приготовленный согласно ГОСТ 27025.

1.3.6. *Приготовление спирто-толуольной смеси*

Смешивают этиловый спирт и толуол в соотношении 70 : 30 (по объему).

1.4. Проведение испытания

1.4.1. *Приготовление экстракта каучука*

1.4.1.1. 0,1 г свежеразвальцованной и мелконарезанной пробы каучука, взвешенной на весах 2-го класса, помещают в колбу вместимостью 50—100 см³, наливают 15 см³ спирта, колбу присоединяют к холодильнику и кипятят ее содержимое на водяной бане в течение 15 мин. Затем колбу отсоединяют от холодильника и экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 50 см³.

Экстрагирование пробы в колбе проводят еще дважды порциями спирта по 10 см³, сливая экстракты в ту же мерную колбу. Затем пробу в колбе промывают двумя порциями спирта по 5 см³ и сливают их в ту же мерную колбу. После этого объем содержимого в колбе доводят до метки спиртом, закрывают колбу пробкой и

тщательно перемешивают ее содержимое. При разногласиях в оценке экстракт каучука приготовляют из навески массой 1 г.

1.4.1.2. При испытании маслонаполненных каучуков дважды проводят экстрагирование спирто-толуольной смесью. Продолжительность каждого экстрагирования — 30 мин.

1.4.1.3. При испытании бутилкаучука пробу массой 0,1 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в плоскодонную колбу вместимостью 50 см^3, приливают 30 см^3 спирто-толуольной смеси, колбу присоединяют к холодильнику и нагревают на колбонагревателе в течение 30 мин, считая с момента закипания. Затем экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, каучук дважды промывают спиртом, сливая спирт в ту же мерную колбу, и объем содержимого колбы доводят спиртом до метки.

1.4.2. *Определение массовой доли стабилизатора*

От 2 до 10 см^3 экстракта каучука, приготовленного в соответствии с п. 1.4.1, переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и добавляют 20 см^3 этилового спирта и 2 см^3 хлористого *п*-нитробензолдиазония. Мерную колбу закрывают пробкой, ее содержимое хорошо перемешивают и оставляют на 10 мин.

После этого объем содержимого в колбе доводят до метки спиртом, перемешивают и полученный раствор колориметрируют, как указано в п. 1.3.5.

1.5. Обработка результатов испытания

Массовую долю фенил-β-нафтиламина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 50 \cdot 100}{m \cdot V}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса фенил-β-нафтиламина, найденная по градуировочному графику, г;

50 — объем экстракта каучука, см^3;

m — масса пробы каучука, взятой для определения, г;

V — объем экстракта каучука, взятый на испытание, см^3.

Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 10% от найденного среднего арифметического.

2. МЕТОД Б

2.1. Отбор проб

Пробы отбирают, как указано в п. 1.1.

2.2. Аппаратура и реактивы — в соответствии с п. 1.2 со следующими дополнениями:

аппарат для встряхивания жидкостей в сосудах;

колбы Кн-1—100 ТС по ГОСТ 25336;

воронка ВД-1(3)—250 ХС по ГОСТ 25336;

хлороформ по ГОСТ 20015 марки А или фармакопейный;
углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Приготовление стандартного раствора фенил-β-нафтиламина — в соответствии с п. 1.3.4.

2.3.2. Приготовление раствора хлористого *п*-нитробензолдиазония с массовой долей, 0,15% — в соответствии с п. 1.3.3.

2.3.3. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки, содержащие по 10 см³ этилового спирта и 10—15 см³ хлороформа или четыреххлористого углерода, наливают из микробюретки 1, 2, 3, 4 и 5 см³ стандартного раствора фенил-β-нафтиламина. Затем в каждую воронку приливают по 2 см³ раствора хлористого *п*-нитробензолдиазония и хорошо перемешивают в течение 1 мин. Делительные воронки оставляют на 10 мин.

Для извлечения образовавшегося азосоединения в делительные воронки наливают по 30 см³ дистиллированной воды, встряхивают 30 с и после расслоения сливают нижний окрашенный слой в мерные колбы вместимостью 50 см³. Операцию извлечения остатков азосоединения повторяют еще раз, используя 10 см³ хлороформа или четыреххлористого углерода, сливая нижний слой в те же мерные колбы.

В мерные колбы приливают по 10 см³ спирта, объем содержимого каждой колбы доводят до метки хлороформом или четыреххлористым углеродом, закрывают притертыми пробками, хорошо перемешивают, колориметрируют полученные растворы и строят градуировочный график, как указано в п. 1.3.5, соблюдая ту же периодичность проверки.

В качестве раствора сравнения используют хлороформ или четыреххлористый углерод.

Если применяемые растворители вызывают окраску с солянокислым *п*-нитробензолдиазонием, в качестве раствора сравнения применяют контрольный раствор, приготовленный согласно ГОСТ 27025.

2.4. Проведение испытания

2.4.1. *Приготовление раствора каучука*

0,2 г свежевальцованной мелконарезанной пробы каучука, взвешенной на весах 2-го класса, или такое же количество низкомолекулярного полимера помещают в коническую колбу с притертой пробкой. Затем в колбу пипеткой вносят 20 см³ хлороформа или четыреххлористого углерода, колбу закрывают притертой пробкой и перемешивают до полного растворения пробы в аппарате для встряхивания жидкостей в сосудах.

2.4.2. *Определение массовой доли стабилизатора*

В делительную воронку, содержащую 10 см³ этилового спирта и 10—15 см³ хлороформа или четыреххлористого углерода, пипет-

кой наливают 1—2 см³ раствора каучука и 2 см³ раствора хлористого *n*-нитробензолдиазония. Содержимое воронки хорошо перемешивают в течение 1 мин и оставляют на 10 мин. Для извлечения образовавшегося азосоединения в воронку наливают 30 см³ дистиллированной воды, встряхивают 30 с и после полного расслоения сливают окрашенный нижний слой в мерную колбу вместимостью 50 см³. Операцию извлечения остатков азосоединения повторяют еще раз, используя 10 см³ хлороформа или четыреххлористого углерода, сливая нижний слой в ту же мерную колбу.

В мерную колбу наливают 10 см³ спирта, объем содержимого колбы доводят до метки хлороформом или четыреххлористым углеродом, закрывают колбу притертой пробкой, тщательно перемешивают и колориметрируют ее содержимое, как указано в п. 1.3.5.

2.5. Обработка результатов испытания

Массовую долю фенил-β-нафтиламина (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 20 \cdot 100}{m \cdot V}, \qquad (2)$$

где m_1 — масса фенил-β-нафтиламина, найденная по градуировочному графику, г;

20 — объем раствора каучука, см³;

m — масса пробы каучука, взятая для определения, г;

V — объем раствора каучука, взятый на испытание, см³.

Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 10% найденного среднего арифметического.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. А. Кормер (руководитель темы); **Б. Г. Бабурин; Ю. Г. Каменев; Т. В. Быстрова; В. В. Колмакова; М. Н. Берман**

2. **УТВЕРЖДЕН и ВВЕДЕН в ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.06.89 № 1802

3. Срок первой проверки — 1995 г.
Периодичность проверки — 10 лет

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 985—88

5. Взамен ГОСТ 19816.3—74

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 39—79	1.2
ГОСТ 1770—74	1.2
ГОСТ 3118—77	1.2
ГОСТ 4197—74	1.2
ГОСТ 5789—78	1.2
ГОСТ 6709—72	1.2
ГОСТ 9147—80	1.2
ГОСТ 12026—76	1.2
ГОСТ 17299—78	1.2
ГОСТ 18300—87	1.2
ГОСТ 20015—74	2.2
ГОСТ 20288—74	2.2
ГОСТ 20292—74	1.2
ГОСТ 24104—88	1.2
ГОСТ 25336—82	1.2; 2.2
ГОСТ 27025—86	2.3.3

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *Л. А. Никитина*
Корректор *А. С. Черноусова*

gost.e-ecolog.ru

.89 Подп. в печ. 31.08.89 0,625 усл. п. л. 0,625 усл. кр.-отт. 0,46 уч.-изд. л.
Тир. 6 000 Цена 3 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 801