



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



БЗ 5—89/362

3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ**ГОСТ****Методы определения массовой доли
фенил-β-нафтиламина (нафтама-2)****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-нафтиламина, 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 Бюхиера 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.

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 ректифицированный 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 массо-
вой долей *p*-нитроанилина 0,1%, ч. д. а.

1.3. Подготовка к испытанию

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

($2 \pm 0,02$) г *p*-нитроанилина, взвешенного на весах 4-го класса,
помещают в стакан, наливают 20 см³ соляной кислоты и тщатель-
но растирают стеклянной палочкой желтые кристаллы. После этого
раствор нагревают до 50—60°С, при постоянном перемешивании
добавляют дистиллированную воду до полного растворения кри-
сталлов, 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*

($5 \pm 0,1$) г продукта, взвешенного на весах 4-го класса, помеща-
ют 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 отсоеди-
няют и горячий раствор фильтруют под вакуумом через воронку
Бюхнера в склянку Бунзена. Содержимое колбы Бунзена перено-
сят в химический стакан, помещенный в холодную воду. После вы-
падения кристаллов фенил-β-нафтиламина спирт сливают из ста-
кана. Кристаллы растворяют еще раз в 20 см³ спирта, повторяя
операцию нагревания без фильтрования. Вновь выпавшие кристал-
лы переносят на фильтровальную бумагу и сушат в вакуум-экси-
каторе 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 p-нитро-
бензолдиазония*

0,1% раствор азотистокислого натрия смешивают перед испыта-
нием с раствором солянокислого *p*-нитроанилина с массовой долей

0,2% в соотношения 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 экстракта каучука готовят из навески массой 1 г.

1.4.1.2. При испытании маслосодержащих 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 см³, приливают 30 см³ 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 см³, 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 см³ экстракта каучука, приготовленного в соответствии с п. 1.4.1, переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см³ и добавляют 20 см³ этилового спирта и 2 см³ хлористого *n*-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

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

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

50 — объем экстракта каучука, см³;

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

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

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 фенол-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 фенол-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 свежесрезанной мелко нарезанной 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 *l*-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

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

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. Бабури; 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. Шукина
Технический редактор Л. А. Никитина
Корректор А. С. Черноусова