

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



**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**

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-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 л-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.

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

1.3. Подготовка к испытанию

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

(2±0,02) г *n*-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±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 n-нитро-
бензолдиазония*

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