

СССР

Государственный
комитет стандартов,
мер и измерительных
приборов СССРГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТПЛАСТМАССЫ
Методы определения содержания
свободного аммиака и аммиачных
соединений
Plastics. Methods for the determination
of free ammonia content and ammonium
compoundsГОСТ
11233—65

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 рН 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 $\pm 1,5\%$.

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, рН 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.

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.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Цена 2 коп.

Перепечатка воспрещена

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 соприкоснуться 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 шлифованной пробкой по ГОСТ 1770—64, тип I, вместимостью 1000 мл;

цилиндр измерительный с шлифованной 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 рас-
твор;

кислота серная по ГОСТ 4204—48, «х. ч.», 10%-ный рас-
твор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53, освобожденная
от аммиака; готовят следующим образом: к 1 л дистиллиро-
ванной воды добавляют 5 мл 10%-ного водного раствора сер-
ной кислоты и подвергают перегонке. Первый отгон в количе-
стве 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 вод-
ный раствор; готовят следующим образом: 0,3144 г хлористого
аммония, предварительно высушенного при температуре
100—105°C, взвешивают с точностью до 0,0002 г и помещают
в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в дистил-
лированной воде, хорошо перемешивают и доводят объем до
метки (раствор А); 1 мл приготовленного раствора содержит
0,1 мг аммиака.

Из раствора А готовят 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 коло-
риметрические 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 из-
делия измельчают в порошок, при этом следует тщательно
следить за тем, чтобы избежать перегрева измельченного ма-
териала.

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°C. 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.