

**КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ
БУТАДИЕНОВЫЕ****Метод определения массовой доли нафтама-2
в сажемасло- и маслонеполненных каучуках**Stereoregular butadiene synthetic rubbers.
Method for determination of naphtham-2 mass
percentage in oil-black and oil-extended rubbers**ГОСТ
19920.8-74*****Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 16 июля 1974 г. № 1689 срок действия установлен****с 01.01.75
до 01.01.90****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

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

Сущность метода заключается в колориметрировании окрашенного азосоединения, образующегося при взаимодействии нафтама-2 с солянокислым *n*-нитробензолдиазонием, при этом реакцию проводят с водноацетоновым экстрактом каучука.

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; *n*-нитроанилин, реактив; спирт этиловый технический по ГОСТ 17299-78 или спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87; ацетон по ГОСТ 2603-79; воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

* Переиздание (декабрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1984 г. (ИУС 9-84).



2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

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

2 г *n*-нитроанилина взвешивают с погрешностью не более 0,02 г. Навеску помещают в химический стакан и заливают 20 см³ 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 дм³ дистиллированной водой.

2.2. Приготовление раствора хлористого *n*-нитробензолдиазония

0,1%-ный раствор азотистокислого натрия смешивают перед испытанием с 0,2%-ным раствором солянокислого *n*-нитроанилина в соотношении 1:1 по объему в количестве, необходимом для испытания.

2.3. Приготовление очищенного нафтама-2

Около 5 г нафтама-2 помещают в колбу, наливают 25 см³ 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 см³ 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 см³ этилового спирта. 1 см³ контрольного раствора содержит 0,0001 г неозона Д.

2.5. Приготовление водноацетоновой смеси

Смешивают 50 объемов ацетона с 50 объемами воды.

2.6. Приготовление экстракта каучука

0,5 г мелко нарезанного каучука, взятого от средней пробы и взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу вместимостью 100 см³ с пришлифованным водяным холодильником, содержащую 25 см³ ацетоноводной смеси. Колбу нагревают

на закрытой электроплитке и дают смеси кипеть 30 мин. Экстрагирование повторяют еще три раза, сливая экстракты в ту же мерную колбу. После охлаждения экстракт в мерной колбе доводят до метки ацетонводной смесью и хорошо перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. 5 см³ экстракта (для маслonaполненных — 2 см³) переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, наполовину наполненную спиртом. Туда же наливают 2 см³ раствора хлористого *n*-нитробензолдиазония. После перемешивания колбу оставляют в темноте 10 мин, после этого доливают спиртом до метки и полученный раствор колориметрируют на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя 30 мм и зеленым светофильтром.

Для сравнения используют кюветы с дистиллированной водой.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ наливают из бюретки 0,5; 1,0; 1,5 см³ и т. д. контрольного раствора нафтама-2, добавляют в них по 25 см³ этилового спирта и по 2 см³ раствора хлористого *n*-нитробензолдиазония. Колбы оставляют в темноте на 10 мин, а затем в них наливают до метки этиловый спирт. После перемешивания полученные растворы колориметрируют на фотоэлектроколориметре в условиях, указанных выше. Строят градуировочный график, откладывая на оси ординат показания прибора, а на оси абсцисс — содержание нафтама-2 в граммах.

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 *n*-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. %.

Изменение № 2 ГОСТ 19920.8—74 Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Метод определения массовой доли нафтама-2

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 16.09.92 № 1194

Дата введения 01.01.93

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2209.

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции: «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 *p*-нитробензолдиазонием».

Пункт 1.1 дополнить абзацами: «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—79 с длиной трубки 1200 мм, диаметром 12 мм, керн 29/32;

эксикатор по ГОСТ 25336—82».

Пункт 2.1. Первый абзац. Заменить слова: «с погрешностью не более 0,02 г» на «на весах 4-го класса».

Пункт 2.2 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 146)

www.rtitd-gost.narod.ru

(Продолжение изменения к ГОСТ 19920.8—74)

«2.2. Приготовление раствора хлористого *n*-нитробензолдиазония

Раствор азотно-кислого натрия с массовой долей 0,1 % перед испытанием смешивают с раствором соляно-кислого *n*-нитроанилина с массовой долей 0,2 % в соотношении 1:1 по объему в количестве, необходимом для испытания».

Пункт 2.4. Заменить слово: «неозона Д» на «нафтама-2».

Пункт 2.6 изложить в новой редакции:

«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 см³ 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 см³. После охлаждения экстракт в мерной колбе доводят до метки ацетоновой смесью и хорошо перемешивают».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «полученный раствор колориметрируют» на «оптическую плотность полученного раствора измеряют».

Пункт 3.2. Заменить слова: «полученные растворы колориметрируют» на «оптическую плотность полученных растворов измеряют».

(ИУС № 12 1992 г.)

www.rtitd-gost.narod.ru