ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

АНГИДРИД ФТАЛЕВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ 1,4-НАФТОХИНОНА

ГОСТ 24445.4—92
(ИСО 1389/10—77)

Издание официальное

БЗ 2—92/166

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.73:547.584:543.06:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

АНГИДРИД ФТАЛЕВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения 1,4-нафтохинона

Phthalic anhydride for industrial use. Method for determination of 1,4-naphthaquinone

ГОСТ 24445.4—92

(ИСО 1389/10—77)

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.93

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает колориметрический метод определения 1,4-нафтохинона в техническом фталевом ангидриде.

Стандарт следует применять вместе с ГОСТ 24445.0.

Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Появление розовой окраски при нагревании с хлоридом олова (II) анализируемой пробы, содержащей 1,4-нафтохинон, и сравнение полученной окраски с приготовленными цветовыми образцами сравнения.

3. РЕАКТИВЫ

Для проведения анализа применяют реактивы только квалификации «чистый для анализа» и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

3.1. Олово (II) хлорид 2-водное ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) по ТУ 6—09—5393.

3.2. Ангидрид фталевый $C_6H_4(CO)_2O$, не содержащий нафтохинонов. *Получают трехкратной перекристаллизацией из хлороформа технического фталевого ангидрида по ГОСТ 7119.*

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

3.3. 1,4-Нафтохинон ($C_{10}H_6O_2$) *с температурой плавления 125,5°С. Очищают перегонкой с водяным паром и последующей перекристаллизацией из бензола.*

3.4. Хлороформ по ГОСТ 20015.

3.5. Бензол по ГОСТ 5955.

3.6. Натрий азотнокислый технический по ГОСТ 828.

3.7. Калий азотнокислый технический по ГОСТ 19790.

3.8. Натрия нитрит технический по ГОСТ 19906.

Допускается применение реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура и

4.1. Пробирки длиной 160 мм и диаметром 16 мм *из термостойкого стекла.*

4.2. Баня с электрообогревом вместимостью около 2 $дм^3$, заполненная смесью, состоящей из 53% нитрата калия (KNO_3), 40% нитрита натрия ($NaNO_2$) и 7% нитрата натрия ($NaNO_3$), и обеспечивающая температуру от 210 до 215°С. *Допускается применять баню с любым видом обогрева с такой же смесью.*

4.3. Весы лабораторные общего назначения с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г и погрешностью ±0,7500 мг и ±1,5000 мг соответственно.

4.4. Стаканчики СВ-14/8 (19/9) по ГОСТ 25336.

4.5. Ступка 1(2) по ГОСТ 9147.

4.6. Пестик 1(2) по ГОСТ 9147.

4.7. *Термометры типа ТЛ-2 с ценой деления 1,0°С и диапазоном измерения от 0 до 250°С.*

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

5. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ЦВЕТОВЫХ ОБРАЗЦОВ СРАВНЕНИЯ

Готовят две смеси фталевого ангидрида (п. 3.2) и 1,4-нафтохинона (п. 3.3) с массовой долей 0,1 и 0,001% нафтохинона соответственно. Из них добавлением фталевого ангидрида готовят смеси с массовой долей 1,4-нафтохинона 0,00001, 0,00005, 0,0001, 0,0005, 0,001, 0,005 и 0,01%.

В восемь пробирок (п. 4.1) помещают: в одну — 8 г фталевого ангидрида (п. 3.2), в остальные семь — по 8 г каждой из семи приготовленных смесей соответственно. В каждую пробирку добавляют по 1 г хлорида олова (II) (п. 3.1) и нагревают таким же образом, как и анализируемую пробу (см. разд. 6).

Допускается приготавливать шесть цветовых образцов сравнения. Для этого в шесть пробирок помещают: в одну — 8 г фталевого ангидрида (п. 3.2), в остальные пять — по 8 г каждой из пяти приготовленных в соответствии с таблицей смесей. Далее поступают, как описано выше.

Смеси для цветовых образцов сравнения готовят из смеси А и фталевого ангидрида (п. 3.2) в соответствии с таблицей.

Номер смеси	Массовая доля 1,4-нафтохинона, %	Состав смеси, г	
		Фталевый ангидрид	Смесь фталевого ангидрида и 1,4-нафтохинона
1	0,1	22,5	2,5 смеси А
2	0,005	23,75	1,25 смеси А
3	0,001	24,75	0,25 смеси А
4	0,0005	5,0	5,0 смеси № 3
5	0,0002	8,0	2,0 смеси № 3

Смесь с массовой долей 1,4-нафтохинона 0,1% (смесь А) готовят следующим образом:

0,0500 г очищенного 1,4-нафтохинона (п. 3.3) и 49,9500 г фталевого ангидрида (п. 3.2) взвешивают отдельно в стаканчиках для взвешивания (п. 4.4). Около $^2/_3$ от общей массы фталевого ангидрида переносят в фарфоровую ступку (п. 4.5), в центре продукта делают углубление, куда насыпают 1,4-нафтохинон из стаканчика. В стаканчик из-под 1,4-нафтохинона вносят часть оставшегося фталевого ангидрида, перемешивают стеклянной палочкой и высыпают в ступку. Эту операцию повторяют два-три раза, перенося весь фталевый ангидрид в ступку. Смесь в ступке тщательно растирают.

6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

8 г анализируемой пробы взвешивают в пробирке (п. 4.1) и добавляют 1 г хлорида олова (II) (3.1). Пробирку с содержимым помещают в баню с электрообогревом (п. 4.2) с температурой 210—215°С точно на 2 мин, убедившись в том, что содержимое пробирки находится ниже уровня жидкости в бане.

Примечание. Кристаллизационная вода выделяется из хлорида олова (II) при нагревании приблизительно через 45 с и может вызвать разбрызгивание. Этого можно избежать, если вынуть пробирку из бани сразу же после расплавления ее содержимого и встряхивать до прекращения выделения водяного пара. Затем пробирку снова нагревают в бане в течение времени, оставшегося до 2 мин.

Пробирку вынимают из бани и оставляют для кристаллизации содержимого охлаждением на воздухе. Наружную часть про-

бирки промывают водой и сушат. Сравнивают окраску содержимого пробирки с окраской образцов сравнения.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовая доля 1,4-нафтохинона в анализируемой смеси равна массовой доле 1,4-нафтохинона в образце сравнения, наиболее близком ему по цвету.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** ТК 94 «Красители, текстильно-вспомогательные вещества и органические полупродукты»

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 30.03.92 № 299
   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 1389/1—77 «Ангидрид фталевый технический. Методы испытаний. Часть 1. Колориметрический метод определения содержания 1,4-нафтохинона» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. **Срок проверки — 1997 г.**
   Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 24445.4—80**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 828—77	3.6
ГОСТ 5955—75	3.5
ГОСТ 7119—77	3.2
ГОСТ 9147—80	4.5, 4.6
ГОСТ 19790—74	3.7
ГОСТ 19906—74	3.8
ГОСТ 20015—88	3.4
ГОСТ 24445.0—92	1
ГОСТ 25336—82	4.4
ГОСТ 27025—86	1
ТУ 6—09—53—93—88	3.1

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в наб. 20.04.92. Подп. в печ. 28.05.92. Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,28. Тир. 395 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1157

gost.e-ecolog.ru