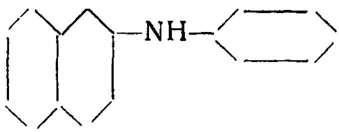
Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ **НЕОЗОН Д (ФЕНИЛ-2-НАФТИЛАМИН ТЕХНИЧЕСКИЙ)** Neozone D (Technical phenyl-2-naphthylamin)	**ГОСТ 39—66** Взамен ГОСТ 39—40 Группа Л28

Настоящий стандарт распространяется на технический фенил-2-нафтиламин, применяемый для стабилизации синтетических каучуков и резин.

Структурная формула фенил-2-нафтиламина:



Молекулярный вес (по международным атомным весам 1961 г.)—219,29.

Содержание фенил-2-нафтиламина в техническом продукте составляет 98—99%.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. По физико-химическим показателям неозон Д должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименования показателей	Нормы	Методы испытаний
1. Внешний вид	Порошок от светло-серого до светло-коричневого цвета или серые чешуйки толщиной 0,3—0,6 *мм*	По п. 2.6
2. Температура начала плавления в °С, не менее	104,5	По п. 2.7
3. Содержание 2-нафтола в %, не более	0,5	По п. 2.8

Внесен Министерством химической промышленности СССР	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 21/XI 1966 г.	Срок введения 1/I 1968 г.

Продолжение

Наименования показателей	Нормы	Методы испытаний
4. Количество золы после прокаливания в %, не более	0,3	По п. 2.9 настоящего стандарта и ГОСТ 9390—60
5. Содержание летучих веществ в %, не более	0,2	По п. 2.10
6. Содержание анилина	Отсутствует	По п. 2.11
7. Остаток после просева на сите с сеткой № 014К по ГОСТ 3584—53 для порошкообразного продукта в %, не более	0,15	По п. 2.12
8. Содержание пылевидного продукта в чешуйчатом неозоне Д при просеве через сито с сеткой № 0355К по ГОСТ 3584—53 в %, не более	3,0	По п. 2.13
9. Содержание железа и его соединений, извлекаемых магнитом, в %, не более	0,008	По п. 2.14

Примечания:

1. Неозон Д должен быть неслеживающимся.
2. Содержание железа и его соединений, извлекаемых магнитом, определяют только для неозона Д, поставляемого для кабельной промышленности (п. 9 таблицы).

1.2. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-поставщика. Поставщик должен гарантировать соответствие всего выпускаемого неозона Д требованиям настоящего стандарта.

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Для контрольной проверки потребителем качества поступающего к нему продукта, а также соответствия тары, упаковки и маркировки требованиям настоящего стандарта должны применяться правила приемки и методы испытаний, указанные ниже.

2.2. Технический неозон Д должен поставляться партиями. Партией считают любое количество однородного по своим качественным показателям продукта, отправляемого в один адрес и сопровождаемого одним документом о качестве.

2.3. Пробу для испытаний отбирают в равных количествах от 10% мест каждой партии, но не менее чем от трех при малых партиях.

2.4. Пробу отбирают щупом из некорродирующего материала со дна, из середины и сверху тары в чистую сухую стеклянную банку с притертой пробкой. Для получения средней пробы используют нижний слой продукта в щупе высотой 10—15 *см*. Общий вес средней отобранной пробы должен составлять 250—300 *г*. На банку со средней пробой наклеивают этикетку с обозначениями: наименования продукта, номера партии, даты и места отбора пробы. Банку с пробой передают в лабораторию для проведения анализа. Перед каждым испытанием среднюю пробу тщательно перемешивают.

2.5. Средняя проба должна соответствовать всем требованиям настоящего стандарта. При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному из показателей испытания повторяют на удвоенном количестве мест партии. Результаты повторных испытаний являются окончательными.

2.6. Определение внешнего вида

2.6.1. Внешний вид неозона Д определяют визуально.

2.6.2. Для определения толщины чешуек в чешуйчатом неозоне Д берут около 10 *г* неозона Д, помещают на сито с сеткой № 0355К по ГОСТ 3584—53 и отсеивают пылевидный продукт, как указано в п. 2.13. Из остатка после просева отбирают 20 чешуек и измеряют их толщину толщиномером ТР-10—I. Результаты измерений должны быть в пределах, указанных в таблице настоящего стандарта.

2.7. Определение температуры плавления

2.7.1. *Применяемые приборы и реактивы:*

прибор для определения температуры плавления с пришлифованной пробиркой или с треугольной боковиной (прибор Тиле), изготовленный из тугоплавкого стекла;

капилляры длиной 45—50 *мм*, внутренним диаметром около 1 *мм*, запаянные с одного конца;

шкаф сушильный лабораторный по ГОСТ 7365—55;

ступка фарфоровая по ГОСТ 9147—59;

термометр ртутный с ценой деления 0,1 или 0,2°С в пределах измерений от 100 до 150°С со свидетельством о проверке;

термометр ртутный с ценой деления 1°С по ГОСТ 215—57 (для контроля скорости нагревания прибора);

жидкость для наполнения прибора;

кислота серная по ГОСТ 4204—66 или

глицерин по ГОСТ 6259—52;

стекло часовое.

2.7.2. *Проведение испытания*

Около 1 *г* неозона Д сушат в сушильном шкафу в течение 1 *ч* при 70°С и растирают в ступке.

Небольшое количество подготовленной пробы помещают в капилляр и уплотняют до 2—3 *мм* высоты 5—6-кратным бросанием капилляра через стеклянную трубку высотой 0,8 *м*, установленную вертикально на часовое стекло. Заполненный капилляр прикрепляют при помощи резинового кольца к термометру так, чтобы слой испытуемого вещества находился на одном уровне с ртутным резервуаром термометра.

Прибор для определения температуры плавления заполняют серной кислотой или глицерином на $^2/_3$ объема или немного выше треугольной боковины (прибор Тиле) и нагревают его вначале быстро, а от 80 и до 95°С—со скоростью 3 *град/мин*, контролируя скорость нагревания предназначенным для этого термометром, помещенным в пробирку прибора.

Затем заменяют термометр на термометр с капилляром, укрепляют последний в центре пробирки так, чтобы ни капилляр, ни термометр не касались дна и стенок пробирки, и продолжают нагревание со скоростью 1 *град/мин*.

Температуру, при которой появляется первая капля расплавленного вещества в капилляре, принимают за температуру плавления неозона Д.

2.8. Определение содержания 2-нафтола

2.8.1. *Применяемые приборы, реактивы и посуда:*

фотоколориметр ФЭКН-57, ФЭК-56, ФЭК-М;

весы аналитические;

термометр на 100°С;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

спирт этиловый ректификованный (гидролизный или сульфитный), высшей очистки;

нафтол-бета по ГОСТ 5835—51, «ч. д. а.»;

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—66, «ч .д. а.», 5%-ный раствор;

4-нитроанилин с температурой плавления не ниже 147°С, дважды перекристаллизованный из этилового спирта;

натр едкий по ГОСТ 4328—66, «ч. д. а.», 2 н раствор;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, «х. ч.», 1 н раствор;

бензол по ГОСТ 5955—51, «ч. д. а.»;

колбы мерные по ГОСТ 1770—64 вместимостью 100 и 500 *мл*;

пипетки по ГОСТ 1770—64 вместимостью 2; 10; 25 и 50 *мл*;

баня водяная с температурой около 10°С;

воронка делительная по ГОСТ 8613—64 вместимостью 250 *мл*.

2.8.2. *Подготовка к испытанию*

Приготовление стандартного раствора 2-нафтола

Стандартный раствор 2-нафтола готовят следующим образом: 0,04 *г* бета-нафтола взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, растворяют при нагревании в дистиллированной воде, охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Приготовление раствора солянокислого 4-нитроанилина

1 *г* 4-нитроанилина взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помеща-

ют в стакан со 100 *мл* раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании до 80°С. Содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 *мл*, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Приготовление раствора 4-нитродиазобензола

К 100 *мл* раствора солянокислого 4-нитроанилина, охлажденного до 15—20°С, быстро приливают при интенсивном размешивании 2 *мл* 5%-ного раствора нитрита натрия при помощи пипетки той же вместимости и помещают в баню с температурой около 10°С.

Раствор годен к употреблению в течение 1—2 *ч*. Перед употреблением его визуально проверяют на отсутствие мути.

Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в мерных колбах вместимостью 100 *мл* готовят несколько эталонных растворов. Для этого в колбы вносят при помощи пипетки 1,5; 1,2; 0,9; 0,6; 0,3 *мл* стандартного раствора 2-нафтола, по 2,5 *мл* 2 н раствора NaOH и приливают соответственно 16,0; 16,3; 16,6; 16,9; 17,2 *мл* дистиллированной воды, слегка перемешивают и охлаждают до 15—20°С.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий 2-нафтола. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 *мл* вносят 2,5 *мл* 2 н раствора NaOH и 17,5 *мл* дистиллированной воды.

Перед колориметрированием в каждую колбу добавляют по 20 *мл* раствора 4-нитродиазобензола, доводят объем раствора этиловым спиртом до метки, тщательно перемешивают и замечают время.

Через 5 *мин* измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре, пользуясь зеленым светофильтром, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 *мм*.

Проводят две серии определений и по средним значениям результатов измерений строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность—концентрация 2-нафтола в процентах.

Указанные количества стандартного раствора 2-нафтола в миллилитрах соответствуют содержанию 2-нафтола в неозоне Д (при навеске неозона Д 2,4 *г*) 0,50; 0,40; 0,30; 0,20; 0,10%.

2.8.3. *Проведение испытания*

Навеску неозона Д в количестве 2,4 *г* взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 25 *мл* бензола, переносят раствор количественно в делительную воронку вместимостью 250 *мл*, приливают при помощи пипетки 50 *мл* 2 н раствора NaOH, взбалтывают содержимое делительной воронки в течение 20 *мин* и дают раствору отстояться. Через 20 *мин* сливают щелочной раствор, переносят 25 *мл* полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

10 *мл* приготовленного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, добавляют 10 *мл* дистиллированной воды, слег-

ка перемешивают, охлаждают содержимое колбы до 15—20°С, приливают 20 *мл* раствора 4-нитродиазобензола, доводят объем раствора этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Через 5 *мин* полученный раствор колориметрируют, пользуясь зеленым светофильтром и кюветами с толщиной поглощающего свет слоя 20 *мм*. По калибровочному графику находят содержание 2-нафтола в испытуемом продукте в процентах.

При получении результатов анализа выше 0,50% (верхняя точка калибровочной кривой) определение повторяют с навеской 1,2 *г* и результаты анализа удваивают.

2.9. Определение количества золы после прокаливания

Количество золы в продукте определяют прокаливанием навески неозона Д в 3 *г* по методу, изложенному в ГОСТ 9390—60, п. 4*а*.

2.10. Определение содержания летучих веществ при 105°С

2.10.1. *Применяемые приборы и посуда:*

весы аналитические;

шкаф сушильный лабораторный по ГОСТ 7365—55;

стаканчик для взвешивания (бюкса) по ГОСТ 7148—54.

2.10.2. *Проведение испытания*

Около 3 *г* неозона Д взвешивают с точностью до 0,0002 *г* в высушенной до постоянного веса бюксе и сушат в термостате при 100—105°С в течение 2 *ч*.

Содержание летучих веществ (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(G_2 - G_1)\cdot 100}{G},$$

где:

G —навеска неозона Д в *г*;

G_1—вес бюксы с неозоном Д после сушки в *г*;

G_2—вес бюксы с неозоном Д до сушки в *г*.

2.11. Определение содержания анилина

2.11.1. *Применяемые реактивы и приборы:*

известь хлорная по ГОСТ 1692—58, насыщенный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

фильтр бумажный беззольный;

баня водяная;

термометр на 100°С.

2.11.2. *Проведение испытания*

Около 10 *г* неозона Д взбалтывают с 30 *мл* дистиллированной воды, подогревают на водяной бане до 60°С и фильтруют через беззольный фильтр.

К 5 *мл* фильтрата приливают 7 *мл* насыщенного раствора хлорной извести, после чего не должно появляться фиолетовой окраски.

2.12. Определение остатка после просева (для порошкообразного продукта)

2.12.1. *Применяемые реактивы и посуда:*

стакан фарфоровый по ГОСТ 9147—59 вместимостью 150 *мл*;

кисточка мягкая № 20;

сито металлическое № 014К по ГОСТ 3584—53;

весы аналитические;

смачиватель НБ по ГОСТ 6867—67, 5%-ный раствор, приготовленный раствор отфильтровывают от механических примесей;

фильтр бумажный беззольный «белая лента»;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

2.12.2. *Проведение испытания*

Около 10 *г* неозона Д взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в фарфоровый стакан, смачивают 50 *мл* 5%-ного раствора смачивателя НБ и слегка растирают мягкой кисточкой № 20.

Полученную суспензию количественно переносят на металлическое сито № 014К, которое погружают дном в дистиллированную воду, налитую в чашку.

При постоянном перемешивании кисточкой с легким нажимом на сетку неозон' Д вымывают через сито, периодически приподнимая сито над водой до тех пор, пока остаток на сите не перестанет уменьшаться и при смене воды в чашке не перестанет обнаруживаться неозон Д.

После этого остаток количественно отфильтровывают (при разрежении) на взвешенном, предварительно высушенном до постоянного веса беззольном фильтре «белая лента», смывая его со дна сита на фильтр струей дистиллированной воды из промывалки, сушат в течение 1 *ч* при 100°С и по охлаждении взвешивают с точностью до 0,0002 *г*.

Содержание остатка на сите после мокрого просева (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(G_2 - G_1) \cdot 100}{G},$$

где:

G —навеска неозона Д в *г*;

G_1—вес фильтра в *г*;

G_2—вес фильтра с остатком в *г*.

2.13. Определение содержания пылевидного продукта в чешуйчатом неозоне Д

2.13.1. *Применяемые посуда и приборы:*

сито с сеткой № 0355К по ГОСТ 3584—53;

стаканчик для взвешивания (бюкса) по ГОСТ 7148—54;

весы аналитические.

2.13.2. *Проведение испытания*

Около 10 *г* неозона Д взвешивают с точностью до 0,01 *г*, переносят на сито № 0355К и просеивают в течение 3 *мин* покачиванием сита со скоростью одно колебание в 1 *сек*.

Пылевидный продукт, собранный на глянцевой поверхности, переносят в предварительно взвешенную бюксу и взвешивают с точностью до 0,0002 *г*.

Содержание пылевидного продукта в чешуйчатом неозоне Д (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{(G_2 - G_1) \cdot 100}{G},$$

где:

G —навеска неозона Д в *г*;

G_1—вес бюксы в *г*;

G_2—вес бюксы с пылевидным продуктом в *г*.

2.14. Определение содержания железа и его соединений, извлекаемых магнитом

2.14.1. *Применяемые реактивы, приборы и посуда*:

ацетон по ГОСТ 2603—63;

фильтр-тигель типа ТПС-1 по ГОСТ 9775—61;

стакан стеклянный по ГОСТ 10394—63 вместимостью 500 *мл*;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

баня водяная;

чашка фарфоровая по ГОСТ 9147—59;

магнит;

стекло часовое;

кисточка волосяная жесткая;

шкаф сушильный лабораторный по ГОСТ 7365—55.

2.14.2. *Проведение испытания*

Около 50 *г* неозона Д взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в стеклянный стакан вместимостью 500 *мл*, растворяют при слабом нагревании на водяной бане в 250 *мл* ацетона и фильтруют раствор при слабом разрежении через бумажный фильтр или стеклянный тигель типа ТПС-1 с пористым дном.

Стакан и осадок на фильтре тщательно промывают ацетоном в 2—3 приема (всего около 30 *мл*), после чего оставшиеся на дне стакана частицы присоединяют к осадку, смывая их на фильтр струей дистиллированной воды из промывалки. Дополнительно промывают фильтр 10 *мл* ацетона, сушат в течение 10 *мин* при 100°С, осторожно переносят фильтр с осадком пинцетом в фарфоровую чашечку и извлекают из осадка частицы железа и его соединений сильным магнитом, слегка касаясь магнитом осадка на фильтре, затем снимают их с магнита жесткой волосяной кисточкой на предварительно взвешенное часовое стекло.

Взвешивают часовое стекло с извлеченными частицами с точностью до 0,0002 *г*. Содержание железа и его соединений, извлекаемых магнитом (X_3) в процентах, вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{(G_2 - G_1) \cdot 100}{G},$$

где:

G —навеска неозона Д в *г*;

G_1—вес часового стекла в *г*;

G_2—вес часового стекла с частицами, извлеченными магнитом, в *г*.

3. МАРКИРОВКА, УПАКОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

3.1. Неозон Д упаковывают в трехслойные бумажные мешки (ГОСТ 2227—65), вложенные в фанерные барабаны (ГОСТ 9338—60), или в прорезиненные мешки, или в полиэтиленовые мешки; вес нетто 20; 25 или 30 *кг*.

3.2. На каждый мешок с продуктом должна быть прикреплена этикетка с указанием:

а) наименования продукта;

б) номера партии;

в) номера места;

г) даты изготовления;

д) веса брутто и нетто;

е) номера настоящего стандарта.

3.3. Продукт транспортируют всеми видами транспорта в условиях, обеспечивающих сохранность продукта и тары.

3.4. Каждая поставляемая партия продукта должна сопровождаться документом, удостоверяющим его качество и соответствие требованиям настоящего стандарта.

Документ должен содержать:

а) наименование организации, в систему которой входит предприятие-поставщик;

б) наименование продукта;

в) номер партии, количество мест в партии и их номера;

г) вес брутто и нетто;

д) дату изготовления;

е) показатели качества по результатам испытаний или подтверждение о соответствии продукции требованиям настоящего стандарта;

ж) номер настоящего стандарта.

3.5. Продукт хранят в крытых складских помещениях на деревянных подмостках на расстоянии не менее 0,5 *м* от стен. Гарантийный срок хранения неозона Д—три месяца.

Замена

ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.
ГОСТ 6867—67 введен взамен ГОСТ 6867—54.