

Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л21

Изменение № 3 ГОСТ 313—77 Анилин технический. Технические условия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)

Дата введения 1995—07—01

Вводная часть. Первый абзац после слова «полиизоцианатов» изложить в новой редакции: «химикатов-добавок, лекарственных средств, изготовляемый для нужд народного хозяйства и для экспорта. В производстве полиамина применяют анилин высшего сорта»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 93.12».

Пункт 1.2. Таблицу изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма	
	Высший сорт ОКП 24 7141 0120	Первый сорт ОЖП 24 7141 0130
1. Внешний вид	Маслянистая прозрачная жидкость от бесцветного до светло-желтого цвета	Маслянистая прозрачная жидкость от светло-желтого до светло-коричневого цвета
2. Температура кристаллизации высушенного продукта, °С, не ниже	Минус 6,2	Минус 6,6
3. Массовая доля анилина в высушенном продукте, %, не менее	99,8	99,6
4. Массовая доля нитробензола в высушенном продукте, %, не более	0,0006	0,005
5. Массовая доля воды, %, не более	0,1	0,3

примечания 1, 2 после слов: «для технического анилина» дополнить словами: «высшего сорта» (2 раза);

примечание 2. Заменить слова: «показатель 3» на «показатель 2».

Пункт 1.3. Заменить ссылку: ГОСТ 19503—74 на ГОСТ 19503—93.

Пункт 2.1. Заменить ссылку: ГОСТ 6732—76 на ГОСТ 6732.1—89.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Периодичность испытаний анилина: по показателю «массовая доля нитробензола в высушенном продукте» — не реже одного раза в квартал».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86».

Допускается применение других средств измерения с метрологическими

(Продолжение см. с. 32)

характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 6732—76 на ГОСТ 6732.1—89 и ГОСТ 6732.2—89.

Пункт 3.2. Наименование изложить в новой редакции: «3.2. Подготовка пробы к анализу для определения в высушенном продукте температуры кристаллизации, массовой доли анилина и массовой доли нитробензола».

Пункт 3.2.1. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции:

«Кальций сульфат 2-водный, предварительно прокаленный при температуре 160—170 °С.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью $\pm 1,5000$ мг».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить слово: «определяют» на «измеряют»; второй абзац изложить в новой редакции: «Допускается для проведения измерений применять термометр ТЛ-4 № 1».

Пункт 3.5. После слова «дифенламин» дополнить словами: «и др.».

Пункт 3.5.1.1. Третий абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью $\pm 0,7500$ мг»;

шестой абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 5072—79» на «любой марки»;

двенадцатый, тринадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Эталон внутренний» — 2-нитроанизол технический свежеперегранный.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, 1-й сорт»;

семнадцатый — двадцатый абзацы изложить в новой редакции: «о-толуидин, ч. или м-толуидин, ч. или л-толуидин, ч.

Дифенил технический по ГОСТ 4254—76.

Дифениламин.

Нитробензол для ячеек Керра»;

двадцать пятый абзац изложить в новой редакции: «Пипетка градуированная 2-го класса точности вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,05 см³»;

дополнить абзацем: «Термометр ТЛ-4 № 2, 3».

Пункт 3.5.1.2. Первый абзац. Заменить слова: «в испарительную» на «в выпарительную»;

третий абзац. Заменить слово: «испарительной» на «выпарительной»;

пятый абзац «Условия работы хроматографа». Заменить слова: «Скорость потока» на «Объемный расход» (2 раза);

предпоследний абзац дополнить словами: «расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допустимое расхождение, равное 0,1. Результаты вычисления K округляют до первого десятичного знака».

Пункт 3.5.1.3. Первый абзац. Исключить слово: «микрошприцем».

Пункт 3.5.1.4. Первая формула. Эпликация. Последний абзац. Исключить слово: «технического»;

дополнить абзацем (после эпикации):

«Градуировочный коэффициент других примесей, не указанных на хроматограмме (черт. 1), принимают за единицу».

Пункт 3.6. Наименование. После слова «анилине» дополнить словами: «высшего сорта».

Пункт 3.6.1. Первый абзац дополнить словами: «или нитробензол технический, свежеперегранный при температуре 210—211 °С, хроматографическую чистоту которого проверяют при условиях работы хроматографа по п. 3.5.1.2 настоящего стандарта»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Пирогаллол (1, 2, 3-триокси-

(Продолжение см. с. 33)

бензол), раствор с массовой долей 5 % в растворе гидроокиси натрия»;

девятый абзац. Исключить слова: «или полярограф с аналогичными метрологическими характеристиками»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью $\pm 0,7500$ мг и весы с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью $\pm 1,5000$ мг»;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Пипетка неградуированная 2-го класса точности вместимостью 10 см³»;

дополнить абзацами: «Пипетка градуированная 2-го класса точности вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,05 см³.

Пипетка для отбора и взвешивания проб по ГОСТ 6859—72».

Пункт 3.6.2. Третий абзац. Заменить слова: «по 25,0000 г анилина» на «по 25,00 г анилина»; «(относительно ртутного дна или насыщенного каломельного электрода)» на «(относительно ртутного дна, или насыщенного каломельного электрода, или хлорсеребряного электрода)»;

дополнить абзацем: «Зависимость высоты волны от массовой концентрации нитробензола допускается определять методом наименьших квадратов».

Пункт 3.6.3. Заменить слова: «Около 25,00 г» на «Около 25,0000 г».

Пункт 3.6.4. Формула. Эспликация. Второй абзац. Исключить слово: «технического».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.6а, 3.6а.1—3.6а.4:

«3.6а. Определение массовой доли нитробензола в техническом анилине 1-го сорта, приготовленного по п. 3.2 (полярнографический метод)

3.6а.1. Подготовка к анализу

При проведении анализа применяют реактивы, растворы, приборы и посуду по п. 3.6.1 настоящего стандарта, а также

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89, раствор с массовой долей 0,5 %.

3.6а.2. Построение градуировочного графика

0,1000 г нитробензола растворяют в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 50 см³. Объем раствора доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают (раствор 3).

1 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают (раствор 4).

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят по 5 см³ раствора соляной кислоты, прибавляют пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см³ раствора 4 и доводят объем раствора в каждой колбе до метки этиловым спиртом. Получают растворы массовой концентрации нитробензола 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 мг/дм³ соответственно.

Каждый из этих растворов последовательно наливают в электролизер, предварительно промытый дистиллированной водой и анализируемым раствором, добавляют 3 капли раствора желатина и в течение 20 мин пропускают через раствор аргон, или азот, или водород.

После этого снимают полярограммы каждого раствора в интервале от 0 до —1,0 В и определяют высоты волн при $E_{1/2}$ от —0,35 до —0,40 В (относительно ртутного дна, или насыщенного каломельного, или хлорсеребряного электрода).

По полученным данным строят градуировочный график, наносят на ось абсцисс массовую концентрацию нитробензола в миллиграммах на кубический дециметр, а на ось ординат — соответствующие высоты волн в миллиметрах, приведенные к одной чувствительности. Полученная прямая должна проходить через начало координат.

(Продолжение см. с. 34)

3.6а.3. Проведение анализа

1,0000 г анализируемого анилина помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 5 см³ раствора соляной кислоты, объем раствора доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают. Затем снимают полярнограмму в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика (п. 3.6а.1).

По графику находят соответствующую массовую концентрацию нитробензола (с) в миллиграммах на кубический дециметр, предварительно приведя значения высот волн к чувствительности, при которой построен график.

3.6а.4. Обработка результатов

Массовую долю нитробензола (X₂) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{c \cdot 50 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где с — массовая концентрация нитробензола, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

m — масса навески анализируемого анилина, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,001 % при доверительной вероятности 0,95.

Пункт 3.7.1. Второй абзац дополнить словами: «или анализатор жидкости титрометрический лабораторный А ТЛ-2»;

третий абзац. Исключить слова: «обладающего той же чувствительностью»;

пятый, шестой абзацы изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ±0,7500 мг.

Пипетки вместимостью 10 и 20 см³;

восьмой, девятый абзацы изложить в новой редакции: «Бюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, первый сорт»;

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции: «Реактив Фишера готовят из компонентов готового комплекта смешиванием растворов 1) и 2) в объемном соотношении 1:2,17, получая реактив Фишера с титром около 0,004 г/см³. Реактив Фишера с титром около 0,002 г/см³ готовят смешиванием полученного раствора с хлороформом в соотношении 1:1»;

дополнить абзацем: «Секундомер любого типа».

Пункт 3.7.2. Заменить слова: «В ячейку вводят из пипетки еще одну каплю воды и проводят титрование, при этом расход реактива Фишера регистрируется» на «В ячейку вводят из пипетки еще одну каплю воды, определяя ее массу по разности результатов взвешиваний пипетки, и проводят титрование, при этом расход реактива Фишера регистрируется».

Пункт 3.7.3. Второй абзац. Заменить слова: «По разности взвешиваний пипетки определяют навеску анилина» на «Массу навески анилина определяют по разности результатов взвешиваний пипетки».

Пункт 3.7.4. Первую формулу изложить в новой редакции:

$$X_3 = \frac{V \cdot M \cdot 100}{m};$$

экспликация. Заменить слова: «V — титр реактива Фишера, г Н₂О/см³» на «M — масса воды, соответствующая 1 см³ реактива Фишера, г»;

второй абзац до экспликации изложить в новой редакции: «Массу воды,

(Продолжение см. с. 35)

соответствующую 1 см³ реактива Фишера (M) в граммах, вычисляют по формуле $M = \frac{m}{V}$ »;

предпоследний абзац дополнить словами: «Результат измерений округляют до одного десятичного знака».

Пункты 4.1—4.3 изложить в новой редакции: «4.1. Упаковка — по ГОСТ 6732.3—89 в стальные бочки по ГОСТ 6247—79, в специализированные контейнеры-цистерны по ГОСТ 26380—84 типа СКЦ-4 без нижнего слива и автоцистерны, принадлежащие грузополучателю.

Степень заполнения тары не должна превышать 95 %.

Упаковка, транспортная маркировка, требования к пакетированию и видам транспорта при отправке технического анилина на экспорт производятся в соответствии с договором между предприятием и внешнеэкономической фирмой и настоящим стандартом.

4.2. Маркировка — по ГОСТ 6732.4—89 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, чертеж 6а, классификационный шифр 61(12), серийный номер ООН-1547.

На железнодорожные цистерны наносят специальные трафареты: «Анилин», «Х», трафареты приписки и знаки опасности по ГОСТ 19433—88.

4.3. Транспортирование — по ГОСТ 6732.5—89.

Технический анилин, упакованный в бочки и контейнеры-цистерны, транспортируют транспортом любого вида в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

Продукт, упакованный в контейнеры-цистерны, транспортируют при наличии у грузоотправителя (грузополучателя) специализированных грузозахватных устройств и при их транспортировании по железной дороге с проведением погрузки (выгрузки) на подъездных путях предприятий.

При укрупнении грузовых мест в транспортные пакеты схему пакетирования согласовывают в установленном порядке.

По железной дороге технический анилин транспортируют повагонными отправками или в универсальных контейнерах (по ГОСТ 118477—79) и контейне-

(Продолжение см. с. 36)

рах-цистернах на открытом подвижном составе, или бочками в крытых вагонах в пакетированном виде (по ГОСТ 26663—85) в соответствии с техническими условиями погрузки и крепления грузов МПС, а также наливом в собственных цистернах грузоотправителя (грузополучателя) или арендованных с верхним сливом в соответствии с «Правилами перевозки грузов» (часть 2, раздел 41, сборник № 370, 1990 г.).

Степень заполнения цистерн не должна превышать 95 %.

Пункты 6.1, 6.2 изложить в новой редакции: «6.1. Анилин технический — горячая жидкость.

Температура вспышки, °С 73

Температура воспламенения, °С 76

Температура самовоспламенения, °С 617

Концентрационные пределы распространения пламени (объемная доля), % 1,3—7,5

Температурные пределы распространения пламени, °С:

нижний 70

верхний 106

Минимальное содержание кислорода для диффузионного горения (объемная доля), % 13,8.

6.2. При загорании тушить водой с интенсивностью подачи 0,05 дм³/с, воздушно-механической пеной ПО-1 с интенсивностью подачи 0,046 дм³/с.

Пункт 6.3. Первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 12.1.007—76 на ГОСТ 12.1.005—88;

последний абзац. Заменить слова: «1 %-ным раствором соляной кислоты» на «раствором соляной кислоты с массовой долей 1 %».

Пункт 6.4 изложить в новой редакции: «6.4. При отборе проб, испытании и применении продукта следует применять индивидуальные средства защиты от попадания на кожные покровы, слизистые оболочки глаз, в органы дыхания и пищеварения в соответствии с ГОСТ 12.4.011—89 и ГОСТ 12.4.103—83. Соблюдать меры личной гигиены. Продукт с кожи и слизистых удалять водой».

(ИУС № 3 1995 г.)