

№ 16/91

10104-75

1124. 1, 2, 3, 4, 5



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

2,4-ДИНИТРОТОЛУОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 10104—75

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л21

к ГОСТ 10104—75 2,4-димитротолуол технический. Технические условия (см. изменение № 4, ИУС № 6—89)

В каком иссле	Напечатано	Должно быть
С. 290. Пункт 4.2. Первый абзац	классификационный шифр 6132	классификационный шифр 6112

(ИУС № 6 1991 г.)

2,4-ДИНИТРОТОЛУОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical 2,4-dinitrotoluene
Specifications

ГОСТ

10104-75*

Взамен
ГОСТ 10104-62

ОКП 24 7124 0600

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 октября 1975 г. № 2710 срок введения установлен

с 01.01.77

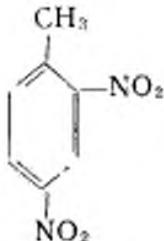
Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 13.05.85 № 1317
срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический 2,4-дinitротолуол, применяемый в качестве полупродукта в промышленности красителей, в производстве динзоцианатов и в других органических синтезах.

Формулы: эмпирическая $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2$
структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 182,13.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (март 1986 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1981 г., июле 1982 г., мае 1985 г. (ИУС 5-81, 11-82, 8-85).

© Издательство стандартов, 1986

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. В зависимости от внешнего вида, метода очистки и назначения 2,4-динитротолуол выпускают двух марок: А и Б.

А — предназначена для производства динитроцианатов,

Б — предназначена для производства красителей.

1.2. Технический 2,4-динитротолуол должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.3. По физико-химическим показателям технический 2,4-динитротолуол должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для марки	
	А	Б
	ОКП 24 7124 0630	ОКП 24 7124 0640
1. Внешний вид	Плавленый продукт от желтого до светло-коричневого цвета	Однородный кристаллический или чешуйированный продукт от светло-желтого до желтого цвета
2. Массовая доля 2,4-динитротолуола в высшенном продукте, %, не менее	99	99
3. Массовая доля 4-нитротолуола в высшенном продукте, %, не более	0,1	0,1
4. Массовая доля три-нитротолуола в высшенном продукте, %, не более	0,20	0,25
5. Температура кристаллизации высшенного продукта, °С, не ниже	69,6	69,6
6. Массовая доля воды, %, не более	0,5	6
7. Массовая доля серной кислоты	Должен выдерживать испытание по п. 3.6	—

Разд. 1. (Измененная редакция, Изм. № 3).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. 2,4-динитротолуол — пожаро- и взрывоопасное вещество, способное детонировать.

Температура вспышки, °С	160
Температура воспламенения аэрогеля, °С	125
Температура самовоспламенения аэрогеля, °С	375
Нижний предел взрываемости аэровзвеси, г/см ³	500
Средства пожаротушения — вода, пена.	

2а.2. 2,4-динитротолуол относится ко 2-му классу высокопасных соединений. Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны 1 мг/м³. Сильный метгемоглобинообразователь поражает печень. Может поступать в организм через неповрежденную кожу.

2а.3. При работе с 2,4-динитротолуолом необходимо применять индивидуальные средства защиты от попадания продукта на кожные покровы, слизистые оболочки глаз, в органы дыхания и пищеварения.

2а.4. Помещения, где проводятся работы с продуктом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Каждую смесь необходимо проводить влажную уборку помещения.

Разд. 2а. (Введен дополнительно, Изм. № 3).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 6732—76.

Отбор проб продукта марки А из железнодорожных цистерн производят только после полного расплавления продукта. Плавление 2,4-динитротолуола проводят при температуре не выше 100°C.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2.2, 2.3. (Исключены, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб — по ГОСТ 6732—76.

Масса средней пробы продукта марки А должна быть не менее 300 г, марки Б — 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. (Исключен, Изм. № 1).

3.3. Внешний вид определяют визуально.

3.4. Определение массовой доли 2,4-динитротолуола и 4-нитротолуола в высушенному продукте

Сущность метода состоит в газохроматографическом определении массовой доли 4-нитротолуола и других органических примесей с последующим определением массовой доли 2,4-динитротолуола расчетным путем.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.1. Применяемые приборы и реагенты:

хроматограф аналитический газовый с пламенно-ионизационным детектором;

колонка газохроматографическая стеклянная или из нержавеющей стали U-образная длиной 3 м и внутренним диаметром 4 мм;

жидкая фаза типа «силикон ХЕ-60»;

твердая фаза типа «хезасорб AW-HMDS, хроматон W-AW» с зернами размером 0,200—0,360 мм, обработанная силиконом ХЕ-60 в количестве 5% от массы твердого носителя;

воздух сжатый для питания приборов;

водород технический по ГОСТ 3022—80, марка Б;

азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74;

ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.;

4-нитротолуол технический по ГОСТ 7197—73;

2,6-динитротолуол с массовой долей основного вещества не менее 99,0%;

2,4-динитротолуол с температурой кристаллизации не ниже 70°C;

смесь несимметричных изомеров динитротолуола, содержащая изомеры 2,5; 2,3; 3,4; 3,5;

«внутренний эталон» — дибутилфталат по ГОСТ 8728—77;

кальций хлористый по ГОСТ 4460—77, сущеный в течение 5—6 ч при 200—220°C и просеянный через сито с отверстиями диаметром 1 мм, применять хлористый кальций с размером гранул более 1 мм;

линейка измерительная по ГОСТ 427—75;

лупа измерительная по ГОСТ 25706—83;

стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82;

эксикатор по ГОСТ 25336—82.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4.2. Подготовка к анализу

Чистую сухую газохроматографическую колонку заполняют готовым наполнителем при непрерывном осторожном постукивании по ней.

Заполненную колонку помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают током газа-носителя при 220°C в течение 8 ч.

Включение хроматографа и вывод его на рабочий режим производят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Режим калибровки и работы хроматографа:

температура термостата колонки, °C 200—220°C

температура испарителя, °C 270—290

расход газа-носителя (азота), см³/мин 50

расход воздуха, см³/мин 300

расход водорода, см³/мин 30

скорость движения диаграммной ленты, мм/ч 240

чувствительность шкалы, А	1·10 ⁻³
время анализа, мин	60
объем вводимой пробы, мкл	1,0.

Массовую долю примесей определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов. В качестве «внутреннего эталона» используют дибутилфталат.

Поправочные градуировочные коэффициенты для каждой примеси определяют по анализу искусственных бинарных смесей, состоящих из дибутилфталата и определяемого компонента.

Искусственные смеси растворяют в ацетоне.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.4.2.1. Сушка пробы

Около 40 г 2,4-динитротолуола помещают в чистую сухую колбу или стакан, расплавляют в термостате при 80—85°C и прибавляют 5—7 г хлористого кальция.

Если на поверхности продукта появится влага, ее снимают фильтровальной бумагой и добавляют вторую порцию хлористого кальция.

Колбу или стакан помещают в термостат и выдерживают при 80—85°C в течение 30 мин, периодически взбалтывая.

Затем расплавленный продукт осторожно сливают в кристаллизационную чашку и помещают в эксикатор, заполненный хлористым кальцием.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.3. Проведение анализа

2—3 г высушенного по п. 3.4.2.1 2,4-динитротолуола взвешивают в стаканчике для взвешивания и микрошприцем добавляют к нему 0,008—0,012 г дибутилфталата («внутренний эталон»). Все взвешивания производят на весах с наибольшим пределом взвешивания 200 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

К навеске добавляют ацетон в объеме, необходимом для полного растворения пробы.

1 мкл перемешанной и подготовленной для анализа, пробы вводят микрошприцем в испаритель хроматографа.

Порядок выхода из колонки 2,4-динитротолуола, примесей и «внутреннего эталона» приведен на хроматограмме (см. чертеж).

Относительное время удерживания определяемых примесей:

4-нитротолуол — 0,11;

X_1 — неидентифицированная примесь — 0,22;

X_2 — неидентифицированная примесь — 0,31;

2,6-динитротолуол — 0,42;

2,5-динитротолуол — 0,53;

2,3-динитротолуол — 0,78;

дибутилфталат — 1,00;

3,4-динитротолуол — 1,18.

3.4.4. Обработка результатов

Массовую долю 4-нитротолуола и каждой примеси (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{S_1 \cdot m_{\text{эт}} \cdot K_1}{S_{\text{эт}} \cdot m_{\text{пр}}} \cdot 100,$$

где $m_{\text{эт}}$ — масса навески «внутреннего эталона», г;

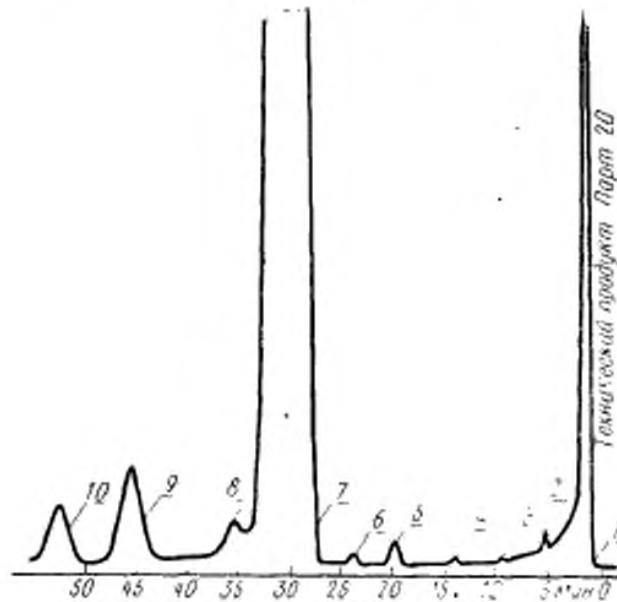
$m_{\text{пр}}$ — масса навески анализируемой пробы, г;

$S_{\text{эт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм^2 ;

S_1 — площадь пика определяемого компонента, мм^2 ;

K_1 — градуировочный коэффициент определяемого компонента.

Типовая хроматограмма



1—толуол; 2—4-нитротолуол; 3, 4— X_1 , X_2 —неидентифицированные примеси; 5—2,6-динитротолуол; 6—2,5-динитротолуол; 7—2,4-дигидрофенил-4-нитротолуол; 8—2,3-дигидрофенил-3-нитротолуол; 9—дибутилфталат; 10—3,4-дигидрофенил-3-нитротолуол

Площадь пика вычисляют как произведение его высоты на ширину, замеренную на середине высоты.

Градуировочный коэффициент (K_1) определяемого компонента вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{S_{\text{эт}} \cdot m_1}{S_1 \cdot m_{\text{эт}}},$$

где m_1 — масса навески определяемого компонента в искусственной смеси, г;

m_{37} — масса навески «внутреннего эталона» в искусственной смеси, г;

S_{37} — площадь пика «внутреннего эталона», мм^2 ;

S_1 — площадь пика определяемого компонента, мм^2 .

Чувствительность метода при определении 4-нитротолуола — 0,002%, при определении динитротолуолов — 0,01%.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Массовую долю 2,4-динитротолуола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - (\Sigma X_1 + X_t),$$

где ΣX_1 — сумма 4-нитротолуола и других примесей, определяемых хроматографически, %;

X_t — массовая доля тринитротолуола, определяемая по п. 3.5, %.

3.4.3; 3.4.4. (Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.5. Определение массовой доли тринитротолуола

3.5.1. Применяемые реактивы, посуда и приборы:

ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, ч. д. а., 20%-ный раствор;

2,4-динитротолуол, перекристаллизованный из спирта, высушенный до постоянной массы в вакуум-эксикаторе над хлористым кальцием, с температурой кристаллизации не ниже 70,0°C;

2,4,6-тринитротолуол, перекристаллизованный из спирта, высушенный до постоянной массы в вакуум-эксикаторе над хлористым кальцием, с температурой кристаллизации не ниже 80,7°C;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100 и 200 cm^3 ;

пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1,2 и 10 cm^3 ;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72;

фотоэлектроколориметр ФЭК-56М или любой другой марки со светофильтром, имеющим максимум пропускания при длине волны около 490 нм.

3.5—3.5.1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5.2. Построение градуировочного графика

Около 2,0 г перекристаллизованного 2,4-динитротолуола взвешивают на весах с наибольшим пределом взвешивания 200 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), растворяют в мерной колбе вместимостью 200 cm^3 в 80—100 cm^3 ацетона и затем объем раствора доводят до

метки ацетоном (раствор А). Около 0,05 г перекристаллизованного 2,4,6-тринитротолуола взвешивают на весах с наибольшим пределом взвешивания 200 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ в 40—50 см³ ацетона и доводят объем раствора до метки ацетоном (раствор Б).

Из этих растворов готовят серию растворов 2,4-динитротолуола с массой 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,4; 0,5 мг 2,4,6-тринитротолуола следующим образом: в восемь мерных колб вместимостью по 50 см³ пипеткой вносят по 10 см³ раствора А и соответственно раствора Б (0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,8; 1,0 см³).

Добавляют пипеткой в каждую колбу по 2 см³ раствора аммиака, перемешивают, доводят объем раствора ацетоном до метки, снова тщательно перемешивают и оставляют в покое 5 мин. По окончании выдержки измеряют оптическую плотность каждого раствора на фотоэлектроколориметре со светофильтром (№ 5) с максимумом пропускания 490 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. Раствор сравнения — 10 см³ раствора А, доведенного до 50 см³ ацетоном.

Для построения градуировочного графика берут средние значения оптических плотностей, полученных при измерении трех параллельных растворов 2,4,6-тринитротолуола в 2,4-динитротолуоле. График строят, откладывая на оси абсцисс массу 2,4,6-тринитротолуола в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им величины оптических плотностей.

3.5.3. Проведение анализа

Около 0,5—1,0 г анализируемого 2,4-динитротолуола, высущенного по п. 3.4.2.1, взвешивают на весах с наибольшим пределом взвешивания 200 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), растворяют в мерной колбе вместимостью 50 см³ в 20—30 см³ ацетона и ацетоном доводят объем раствора до метки.

10 см³ полученного раствора пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 2 см³ водного аммиака, перемешивают и ацетоном доводят объем раствора до метки, снова тщательно перемешивают и оставляют в покое 5 мин.

По окончании выдержки измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре со светофильтром (№ 5) с максимумом пропускания 490 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. Раствор сравнения — 10 см³ раствора анализируемого продукта, доведенного до 50 см³ ацетоном.

По градуировочному графику находят массу 2,4,6-тринитротолуола в анализируемом 2,4-динитротолуоле в миллиграммах.

Массовую долю тринитротолуола (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100 \cdot 50}{1000 \cdot m_1 \cdot 10},$$

где m — массовая доля тринитротолуола по градуировочному графику, мг;

m_1 — масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02% при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.5.2; 3.5.3. (Измененная редакция, Изд. № 1, 3).

3.6. Определение температуры кристаллизации производят по ГОСТ 18995.5-73 в приборе Баумана-Фрома

При этом высушенный по п. 3.4.2.1 продукт после выдержки в термостате осторожно сливают с осадка в прибор Баумана-Фрома, нагретый до 75—80°C.

(Измененная редакция, Изд. № 1, 2).

3.7. Определение массовой доли воды проводят по ГОСТ 14870-77, разд. 4. При этом масса навески анализируемого 2,4-динитротолуола марки А должна быть 100 г, марки Б — 50 г.

(Измененная редакция, Изд. № 1, 3).

3.8. Определение массовой доли серной кислоты

3.8.1. Применяемые реактивы, растворы и посуда:

натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации c (NaOH) = 0,06 моль/дм³ (0,06 н.);

феноловый красный (индикатор), 0,1%-ный спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1-77;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

колба коническая по ГОСТ 25336-82, вместимостью 250 см³;

цилиндр по ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 см³.

3.8.2. Проведение анализа

Около 25 г 2,4-динитротолуола помещают в коническую колбу, содержащую 100 см³ свежепрокипяченной дистиллированной воды, и тщательно перемешивают. Колбу переносят на кипящую водяную баню, нагревают до полного расплавления продукта и выдерживают на ней еще в течение 5 мин при тщательном взбалтывании продукта с водой.

Затем содержимое колбы при перемешивании охлаждают до комнатной температуры, прибавляют каплю (0,03 см³) раствора гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолового красного.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт, используя 125 см³ свежепрокипяченной дистиллированной воды.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если розовая окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски контрольного раствора.

3.8—3.8.2. (Введены дополнительно, Изд. № 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Упаковка — по ГОСТ 6732—76.

2,4-динитротолуол марки А упаковывают в вагоны-цистерны (ГОСТ 10674—82), снабженные оборудованием для разогрева.

2,4-динитротолуол марки Б упаковывают в бумажные пятишестислойные битумированные мешки или пятислойные бумажные мешки с ламинированными полиэтиленом слоями бумаги по ГОСТ 2226—75, вложенные в тканевые мешки по нормативно-технической документации.

Масса продукта в одном мешке не должна превышать 40 кг.

Предельное отклонение массы $\pm 0,2$ кг.

При этом допускаются следующие способы укупорки:

а) бумажный мешок послойно заворачивают конвертом, а тканевый мешок собирают в «чуб», который не должен быть менее 10 см, прошивают шпагатом, завязывают и пломбируют;

б) бумажный мешок послойно (4—3 слоя) заворачивают конвертом, а остальные слои вместе с тканевым мешком прошивают на машине;

в) бумажный мешок послойно заворачивают конвертом, а тканевый мешок перегибают и прошивают машиной.

4.2. Маркировка — по ГОСТ 6732—76 с нанесением машинуационного знака «Герметичная упаковка» (ГОСТ 14192—77), класс опасности 6, подкласс 6.1 (ГОСТ 19433—81).

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

На цистерну наносят надпись: «Ядовито».

4.1; 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3. (Исключен, Изм. № 1).

4.4. Транспортирование — по ГОСТ 6732—76. При транспортировании железнодорожным транспортом — в крытых вагонах.

4.5. 2,4-динитротолуол марки А хранят в герметичных резервуарах, снабженных обогревом.

2,4-динитротолуол марки Б хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях в соответствии с правилами хранения твердых горючих и взрывоопасных материалов.

4.4; 4.5. (Измененная редакция, Изм. № 3).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие выпускавшегося технического 2,4-динитротолуола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения технического 2,4-динитротолуола марки А — три месяца со дня изготовления при хранении его в расплавленном виде при температуре не выше 90°C и один год

со дня изготовления при хранении его в твердом состоянии при температуре не выше 35°C, марки Б — один год со дня изготовления.

5.1; 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

Разд. 6. (Исключен, Изм. № 3).

Пункт 1.3. Таблица. Заменить ссылку: «по п. 3.6» на «по п. 3.8».

Пункт 2а.1 изложить в новой редакции: «2а.1. 2,4-динитротолуол — пожаро- и взрывоопасное вещество, способное детонировать. Температура самовоспламенения аэрогеля — 377 °С, пылевоздушная смесь взрывоопасна, нижний концентрационный предел воспламенения — 6 г/м³.

Средство пожаротушения — распыленная вода».

Пункт 2а.2 после слова «соединений» дополнить словами: «по ГОСТ 12.1.007—76».

Пункт 2а.4 после слов «должны быть оборудованы» дополнить словом: «об щебенкой»;

дополнить абзацами: «В местах возможного паро- и пылевыделения должны быть оборудованы местные вентиляционные отсосы.

Технологический процесс должен быть механизирован, а оборудование — герметизировано».

Пункт 3.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Масса средней пробы должна быть не менее 300 г»;

дополнить абзацем: «Перед каждым анализом среднюю пробу продукта марки А нагревают до полного расплавления продукта и тщательно перемешивают».

Пункт 3.4.1 изложить в новой редакции:

«3.4.1. Аппаратура, реактивы и посуда:

хроматограф газовый с детектором ионизации в пламени; колонка хроматографическая стеклянная или из нержавеющей стали длиной 3 м и внутренним диаметром 4 мм;

насадка для колонки — хеласорб AW-HMDS или хроматон N-AW и другие (твердый носитель) с частицами размером 0,200—0,360 мм, обработанный силиконом ХЕ-60 (неподвижная фаза) из расчета 5 % от массы твердого носителя;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—89 с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 г;

микрошприц вместимостью 10 мкл;

линейка измерительная по ГОСТ 427—75;

лупа измерительная по ГОСТ 25706—83;

шкаф сушильный;

воздух сжатый для питания приборов;

(Продолжение см. с. 288)

водород технический по ГОСТ 3022-80;
газ-носитель — азот газообразный технический по ГОСТ 9293-74 или ар-
гон по ГОСТ 10157-79 или гелий;

ацетон по ГОСТ 2603-79;

4-нитротолуол технический по ГОСТ 7197-73;

2,6-динитротолуол с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, по
лученный по методике предприятия-изготовителя, утвержденной в установленном
порядке;

2,4-динитротолуол с температурой кристаллизации не ниже 70 °С, полу-
ченный перекристаллизацией из этилового спирта 2,4-динитротолуола по настояще-
му стандарту;

смесь несимметричных изомеров динитротолуола, содержащая изомеры 2,5;
2,3, 3,4; 3,5, полученная по методике предприятия-изготовителя, утвержденной в
установленном порядке;

дибутилфталат по ГОСТ 8728-77 «внутренний эталон»;

кальций хлористый, высушенный в течение 5-6 ч при 200-220 °С и просеян-
ный через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Применяют хлористый кальций с
размером гранул более 1 мм:

стакан В-1-150 ТС, Н-1-150 ТС по ГОСТ 25336-82;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25326-82;

экспандатор по ГОСТ 25336-82;

чашка выпарительная 3 по ГОСТ 9147-80».

Пункт 3.4.2. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Режим хали-
бровки и работы хроматографа.

Температура термостата колонки	200-230 °С
Температура испарителя	250-300 °С
Скорость потока газа-носителя (азота)	30-60 см ³ /мин
Скорость потока воздуха, см ³ /мин	по инструкции к прибору
Скорость потока водорода	30 см ³ /мин
Скорость движения диаграммной ленты	200-240 мм/ч»

шестой абзац изложить в новой редакции: «Поправочный градуировочный
коэффициент для каждой примеси определяют по анализу искусственных смесей,
составленных из дибутилфталата и компонентов, близких к составу технического
2,4-динитротолуола. Градуировочные коэффициенты устанавливают не реже од-
ного раза в месяц».

Пункт 3.4.2.1. Первый абзац Заменить слова: «в чистую сухую колбу или
стакан» на «в стакан», «в термостате» на «в сушильном шкафу»;

(Продолжение см. с. 289)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10104-75)

третий абзац изложить в новой редакции: «Стакан помещают в сушильный шкаф и выдерживают при 80—85 °С в течение 30 мин, периодически взвешивая»;

последний абзац. Заменить слова: «кристаллизационную на «выпарительную».

Пункт 3.4.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «2,0000—3,0000 г высушенного в соответствии с п. 3.4.2.1 2,4-динитротолуола взвешивают в стаканчике и добавляют 0,0080—0,0120 г дигутилфосфата»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Перемешанную и подготовленную к анализу пробу вводят в испаритель в таком объеме, чтобы высота пика «внутреннего эталона» была не менее 10 см³»;

пятый абзац исключить.

Пункт 3.4.4 дополнить абзацем: «Результаты параллельных определений округляют до первого десятичного знака».

Пункт 3.5.1 Наименование изложить в новой редакции: «3.5.1. Реактивы, посуда и аппаратура»;

второй абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %»;

третий, четвертый абзацы. Исключить слова: «в вакуум-экскаторе над хлористым кальцием»;

восьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

девятый абзац изложить в новой редакции: «Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М или любой другой марки со светофильтром № 5, имеющим максимум пропускания при длине волны (490±10) нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм»;

дополнить абзацем: «весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104-88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г».

Пункт 3.5.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Около 2,0000 г перекристаллизованного 2,4-динитротолуола взвешивают, растворяют в 80—100 см³ ацетона в мерной колбе вместимостью 200 см³ и затем объем раствора доводят до метки ацетоном (раствор А). 0,0500 г перекристаллизованного 2,4,6-тринитро-

(Продолжение см. с. 290)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10104—75)

толуола взвешивают, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ в 40—50 см³ ацетона и доводят объем раствора до метки ацетоном (раствор Б); второй абзац. Заменить слова: «с массой» на «содержащих»;

третий абзац. Исключить слова: «на фотоэлектроколориметре со светофильтром (№ 5) с максимумом пропускания 490 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм»; заменить слова: «доведенного до» на «разбавленного до объема»;

дополнить абзацем: «Градуировочный график проверяют не реже одного раза в квартал».

Пункт 3.5.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Навеску массой 0,5000—1,0000 г анализируемого 2,4-дикнитротолуола, высущенного в соответствии с п. 3.4.2.1, взвешивают, растворяют в мерной колбе вместимостью 50 см³ в 20—30 см³ ацетона и доводят объем раствора до метки ацетоном»;

третий абзац. Исключить слова: «на фотоэлектроколориметре со светофильтром (№ 5) с максимумом пропускания 490 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм»;

пятый абзац. Формула. Экспликация. Заменить слова: «массовая доля» на «масса»;

дополнить абзацем: «Результаты параллельных определений округляют до второго десятичного знака».

Пункт 3.6. Заменить слова «в термостате» на «в сушильном шкафу».

Пункт 3.8.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.8.1. Реактивы, растворы и аппаратура»;

первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации с (NaOH) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.); феноловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77»;

дополнить абзацем: «база водяная».

Пункт 4.2. Первый абзац дополнить словами: «классификационный шифр 6132»;

заменить ссылку: ГОСТ 19433—81 на ГОСТ 19433—88.

(ИУС № 6 1989 г.)

Изменение № 5 ГОСТ 10104—75 2,4-Динитротолуол технический. Технические условия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21.10.94)

Дата введения 1996—07—01

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	Госстандарт Украины

Вводная часть. Последний абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным эталонным массам 1987 г.) — 182, 13».

Пункт 1.1 исключить.

Пункт 1.3. Таблицу изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 90)

Таблица 1

Наименование показателя	Норма
1. Внешний вид	Плавленый продукт от желтого до светло-коричневого цвета
2. Массовая доля 2,4-динитротолуола в высушенном продукте, %, не менее	99
3. Массовая доля 4-нитротолуола в высушенном продукте, %, не более	0,1
4. Массовая доля тринитротолуола в высушенном продукте, %, не более	0,20
5. Температура кристаллизации высушенного продукта, °С, не ниже	69,6
6. Массовая доля воды, %, не более	0,5
7. Содержание серной кислоты	Должен выдерживать испытание по п. 3.8

Пункт 2а.1 изложить в новой редакции: «2а.1. 2,4-динитротолуол — горючее кристаллическое вещество.

(Продолжение см. с. 91)

(Продолжение изменения № 5 к ГОСТ 10104-75)

Температура плавления, °С	70
Температура кипения, °С	300 (с разложением)
Плотность пара по воздуху	6,3
Температура вспышки, °С	160
Температура самовоспламенения, °С	360.

Средства пожаротушения — вода со смачивателем, пена, порошок ПФ, тонкораспыленная вода.

Показатели пожароопасности определяют по ГОСТ 12.1.044-89.

Пункт 2а.2. Заменить ссылку: ГОСТ 12.1.007-76 на ГОСТ 12.1.005-88.

Пункт 2а.3 изложить в новой редакции: «2а.3. При работе с 2,4-динитротолуолом необходимо применять индивидуальные средства защиты (в соответствии с ГОСТ 12.4.103-83 и ГОСТ 12.4.011-89) от попадания продукта на кожные покровы, слизистые оболочки глаз, в органы дыхания и пищеварения, а также соблюдать правила личной гигиены».

Пункт 2.1. Заменить ссылку: ГОСТ 6732-76 на ГОСТ 6732.1-89; второй абзац. Исключить слова: «марки А».

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

Пункт 3.1 изложить в новой редакции: «3.1. Отбор проб — по ГОСТ 6732.2-89.

Отбор проб проводят после полного расплавления продукта. Плавление проводят при температуре не более 85 °С. Масса средней пробы должна быть не менее 300 г. Перед каждым анализом пробу нагревают до полного расплавления продукта и тщательно перемешивают».

Пункт 3.3. Заменить слово: «определяют» на «оценивают».

Пункт 3.4.1. Четвертый абзац дополнить словами: «и погрешностью $\pm 0,7500$ мг и $\pm 1,5000$ мг соответственно»;

пятый — восьмой абзацы изложить в новой редакции:

«микрошириц МШ-10 или МШ-10М;

линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427-75;

лупа по ГОСТ 25706-83;

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру 80—85 °С;

дополнить абзацем (после восьмого):

«термометр ТЛ-4 № 1»;

десятый абзац дополнить словами: «марки Б»;

семнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 8728-77 на ГОСТ 8728-88.

Пункт 3.4.2. Четвертый абзац изложить в новой редакции:

«Режим калибровки и работы хроматографа:

Температура термостата колонки, °С 200—230

Температура испарителя, °С 250—300

(Продолжение см. с. 92)

Объемный расход газа-носителя (азота) см ³ /мин	30-60
Объемный расход воздуха, см ³ /мин	по инструкции к прибору
Объемный расход водорода, см ³ /мин	80
Скорость движения диаграммной ленты, мм/мин	4».

Пункт 3.4.3. Первый абзац. Заменить слово: «дибутилфосфат» на «дибутилфталат».

Пункт 3.4.4. Пятый абзац. Заменить слово: «допускаемые» на «абсолютные допускаемые».

Пункт 3.5.1. Первый абзац. Исключить обозначение: «ч. д. а.»; второй абзац изложить в новой редакции: «аммиак водный по ГОСТ 3760-79, раствор с массовой долей 20 %»;

дополнить абзацем (после четвертого): «Срок хранения перекристаллизованных из спирта 2,4-динитротолуола и 2,4,6-тридинитротолуола — 1 год со дня изготовления»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «шпилетки вместимостью 1,2 и 10 см³»;

десятый абзац дополнить словами: «погрешность взвешивания $\pm 0,7500$ мг».

Пункты 3.5.2, 3.5.3. Четвертый абзац. Заменить слово: «миллиграммах» на «миллитограммах».

Пункт 3.5.3. Последний абзац после слова «определений» дополнить словом: «абсолютные».

Пункт 3.7 изложить в новой редакции: «3.7. Определение массовой доли воды проводят по ГОСТ 14870-77 методом Дина и Старка. При этом масса навески анализируемого 2,4-динитротолуола должна быть 100 г».

Пункт 3.8.1. Последний абзац изложить в новой редакции:

«цилиндр 1-100-2 по ГОСТ 1770-74»;

дополнить абзацем: «весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88 с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью $\pm 1,5000$ мг».

Пункт 3.8.2. Первый абзац. Заменить слова: «Около 25 г» на «Около 25,00 г».

Раздел 4 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«4.1. Упаковка — по ГОСТ 6732.3-89.

4.2. Маркировка — по ГОСТ 6732.4-89 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433-88 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6а, классификационный шифр 6112), серийный номер ООН — 1600.

4.3. Транспортирование — по ГОСТ 6732.5-89.

По железной дороге 2,4-динитротолуол транспортируют в виде плава в вагонах-цистернах по ГОСТ 10674-82, снабженных оборудованием для разогрева, по «Правилам перевозок и тарифам железнодорожного транспорта» (№ 370, 1990 г.).

4.4. 2,4-динитротолуол хранят в герметичных емкостях, снабженных обогревом».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Гарантийный срок хранения технического 2,4-динитротолуола — три месяца со дня изготовления при хранении его в расплавленном виде при температуре не выше 90 °С и один год со дня изготовления при хранении его в твердом состоянии при температуре не выше 35 °С».

(ИУС № 7 1996 г.)

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *С. И. Ковалева*

Сдано в наб. 02.09.86 Подп. в печ. 29.09.86 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,73 уч.-изд. л.
тираж 8000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 4364.