

Изменение № 2 ГОСТ 313—77 Анилин технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.03.88 № 822

Дата введения 01.01.89

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на технический анилин (аминобензол), предназначенный для производства красителей, промежуточных продуктов для красителей, полиизоцианатов, лекарственных средств, изготовляемый для нужд народного хозяйства и для экспорта»;

последний абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблицу изложить в новой редакции (кроме примечаний):

Наименование показателя	Норма
1. Внешний вид	Маслянистая прозрачная жидкость от бесцветного до светло-желтого цвета
2. Температура кристаллизации, высушенного продукта, °С, не ниже	минус 6,2
3. Массовая доля анилина в высушенном продукте, %, не менее	99,8
4. Массовая доля нитробензола в высушенном продукте, %, не более	0,0006
5. Массовая доля воды, %, не более	0,1

примечания 1, 2. Исключить слова: «высшего сорта».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции; дополнить пунктами — 3.2.1, 3.2.2: «3.2. Подготовка пробы к анализу

3.2.1. *Реактивы, приборы и посуда*

Кальций сульфат 2-водный, ч. д. а., предварительно прокаленный при 160—170 °С.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Холодильник воздушный — трубка стеклянная диаметром 15—20 мм, длиной 500—600 мм с конусом КШ 24/29 по ГОСТ 8682—70.

Колба Кн-1—500—24/29 ТС по ГОСТ 25336—82.

Термостат, обеспечивающий температуру 80 °С.

(Продолжение см. с. 250)

(Продолжение изменения к ГОСТ 313—77)

Термометр ТТ П 6 2 240 160, ТТ П 5 2 240 160 или ТТ П 4 1 240 160 по ГОСТ 2823—73.

3.2.2. Приготовление пробы

Около 200,00 г технического анилина помещают в коническую колбу, снабженную обратным воздушным холодильником, и нагревают в термостате до $(75 \pm 5)^\circ\text{C}$. Затем прибавляют 100,00 г прокаленного сульфата кальция, прекращают нагревание и в течение 30 мин периодически взбалтывают. После отстаивания в течение 30 мин верхний слой анилина осторожно сливают в сухую колбу.

Пункт 3.4 дополнить абзацами: «Допускается для проведения определения применять термометр ТЛ-4 4—Б 1—8 по ГОСТ 215—73.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное $0,2^\circ\text{C}$ ».

Пункт 3.5. Исключить слова: «и другие».

Пункт 3.5.1.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.5.1.1. Приборы, реактивы и посуда»;

первый абзац изложить в новой редакции: «Хроматограф газовый типа «Цвет-100», «Цвет-500» или другого типа с детектором ионизации в пламени и программированием температуры»;

дополнить абзацами (после второго): «Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Лупа по ГОСТ 25706—83.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Баня песчаная»;

седьмой абзац. Заменить слова: «ортонитроанизол, чистый» на «2-нитроанизол технический, свежеперегранный»;

последний абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 11882—75» на «для питания приборов»;

дополнить абзацами: «Бензол по ГОСТ 5955—75, ч. д. а.

о-Толуидин, ч., или м-толуидин, ч., или п-толуидин, ч.

Дифенил по ГОСТ 13487—78, ч. д. а. или ч.

Дифениламин по ГОСТ 5825—70, ч. д. а.

Нитробензол для ячеек Керра, ч.

Анилин технический по ГОСТ 313—77, свежеперегранный.

Стаканчик СВ-14/8 (19/9) по ГОСТ 25336—82.

Стакан В-1(2)—100(250) ТХС по ГОСТ 25336—82.

Чашка ЧВК-1(2)—250(500) или ЧВП-1(2)—250(500) по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Микрошприц МШ-10 или МШ-10М».

Пункт 3.5.1.2. «Приготовление насадки» Четвертый абзац. Заменить слова: « $100 \pm 4^\circ\text{C}/\text{мин}$ до 300°C , при 300°C — 6 ч» на «начальная температура термо-

(Продолжение см. с. 251)

стата $(100 \pm 3)^\circ\text{C}$, конечная температура термостата $(300 \pm 5)^\circ\text{C}$ при скорости изменения температуры не более $4^\circ\text{C}/\text{мин}$; выдержка при $(300 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение 6 ч;

«Условия работы хроматографа». Заменить единицу: мкл на мм^3 ;

«Градуировка хроматографа». Первый абзац. Заменить слова: «0,005—0,010 г «внутреннего эталона» и определяемого компонента взвешивают в бюксе с погрешностью не более 0,0002 г» на «0,0050—0,0100 г «внутреннего эталона» и определяемого компонента взвешивают в стаканчике»;

второй абзац. Исключить слова: «не содержащий бензола»;

дополнить абзацами: «За градуировочный коэффициент для каждой примеси принимают среднее арифметическое результатов не менее пяти параллельных определений.

Градуировочные коэффициенты определяют один раз в три месяца и при каждой смене насадки».

Пункт 3.5.1.3. Первый абзац изложить в новой редакции: 2,0000—3,0000 г анализируемого технического анилина взвешивают в стаканчике и добавляют микрошприцем 0,0060—0,0100 г 2-нитроанизола.

Пункт 3.5.1.4. Заменить слова: «Массовую долю технического анилина» на «Массовую долю анилина», «хроматографе» на «хроматограмме»;

предпоследний абзац исключить;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,03 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,06\%$ при доверительной вероятности 0,95».

Пункты 3.6, 3.6.1, 3.6.2, 3.6.3 изложить в новой редакции; дополнить пунктом — 3.6.4:

«3.6. Определение массовой доли нитробензола в техническом анилине, приготовленном по п. 3.2 (полярнографический метод)

3.6.1. *Реактивы, растворы, приборы и посуда*

Нитробензол для ячеек Керра, ч.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 1$ моль/ дм^3 (1 н.).

Анилин технический по ГОСТ 313—77, свежеперегранный.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157—79 без предварительной очистки или азот газообразный по ГОСТ 9293—74, или водород технический марки А по ГОСТ 3022—80, предварительно пропущенный через щелочной раствор пиригаллола и дистиллированную воду.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., раствор с массовой долей 10 %.

Пиригаллол (1, 2, 3-триоксibenзол) технический, раствор с массовой долей 5 % в растворе гидроокиси натрия.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Полярограф ПУ-1 или полярограф с аналогичными метрологическими характеристиками.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Стаканчик СВ-14/8 (19/9) по ГОСТ 25336—82.

Колбы 1(2)—50—2 и 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—2—10 и 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

3.6.2. *Построение градуировочного графика*

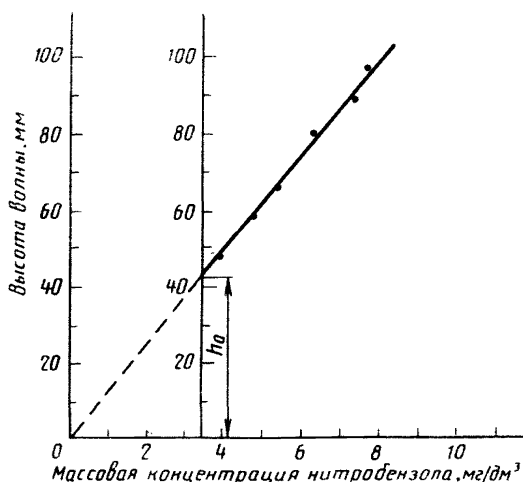
0,0500 г нитробензола растворяют в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 100 см^3 . Объем раствора доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают (раствор 1).

(Продолжение см. с. 252)

10 см³ раствора 1 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают (раствор 2).

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят пипеткой по 10 см³ раствора соляной кислоты и по 25,0000 г анилина, прибавляют 0,3; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ раствора 2 и доводят объем раствора в каждой колбе до метки этиловым спиртом. Получают растворы массовой концентрации добавленного в каждую колбу нитробензола 0,6; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 мг/дм³ соответственно. Каждый из этих растворов последовательно наливают в электролизер, предварительно промытый дистиллированной водой и анализируемым раствором, в течение 20 мин пропускают через раствор аргон или азот, или водород. Снимают полярограмму каждого раствора в диапазоне потенциалов от 0 до -1,0 В и измеряют высоту волны при $E_{1/2}$ от -0,60 до -0,65 В (относительно ртутного дна или насыщенного каломельного электрода).

Строят градуировочный график (черт. 2а) по принципу метода добавок следующим образом: на оси абсцисс откладывают массовые концентрации добавленного в каждую колбу нитробензола в миллиграммах на кубический дециметр, на оси ординат — высоты волн в миллиметрах, приведенные к одной чувствительности, соответствующие общему количеству нитробензола в смеси (добавленному и присутствующему в анилине). Полученная прямая не будет проходить через начало координат и будет отсекают на оси ординат отрезок h_0 , соответствующий концентрации нитробензола в анилине, использованном для построения градуировочного графика. Полученную прямую продолжают до пересечения с осью абсцисс. Эту точку принимают за начало координат, от которого градуируют снова ось абсцисс с сохранением того же масштаба.



Черт. 2а

3.6.3. Проведение анализа

Около 25,00 г анализируемого технического анилина помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ раствора соляной кислоты, объем раствора доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают. Затем снимают полярограмму в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика, и измеряют высоту волны. По градуировочному графику находят соответствующую ей массовую концентрацию нитробензола в миллиграммах на кубический дециметр.

(Продолжение см. с. 253)

3.6.4. *Обработка результатов*

Массовую долю нитробензола (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески анализируемого технического анилина, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0002 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,0001$ % при доверительной вероятности 0,95.

Пункты 3.6.2.1, 3.6.2.2, 3.6.2.3, 3.6.3.1, 3.6.3.2, 3.6.3.3 исключить.

Пункт 3.7 изложить в новой редакции: «3.7. Определение массовой доли воды

Массовую долю воды определяют методом биамперометрического титрования реактивом Фишера».

Пункт 3.7.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.7.1. Приборы, посуда, реактивы и растворы»;

первый абзац изложить в новой редакции: «Мешалка магнитная любого типа»;

второй абзац дополнить словами: «Допускается применение любого другого прибора для электрометрического определения воды реактивом Фишера, обладающего той же чувствительностью»;

дополнить абзацами (после третьего): «Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Пилетки 2—1—10 и 2—2—20 по ГОСТ 20292—74».

Пункт 3.7.2. Заменить слова: «отклонившись за пределы шкалы» на «отклонившись на всю шкалу», «с погрешностью не более 0,0002 г» на «записывая результат взвешивания в граммах с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 3.7.3. Заменить слова: «1,5—2,5 г анализируемого анилина» на «1,5000—2,5000 г анализируемого технического анилина», «отклонившись за пределы шкалы» на «отклонившись на всю шкалу».

(Продолжение см. с. 254)

Пункт 3.7.4. Заменить слова и единицу: «Массовую долю влаги в анилине» на «Массовую долю воды»; г/см³ на г Н₂О/см³;

экспликация к первой формуле. Заменить слова: «навески анилина» на «навески анализируемого технического анилина»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,01 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,02$ % при доверительной вероятности 0,95».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

4.1. Упаковка — по ГОСТ 6732—76 в стальные бочки типа 1 по ГОСТ 6247—79 вместимостью 100, 200 или 275 л.

Степень заполнения бочек не должна превышать 95 %.

4.2. Маркировка — по ГОСТ 6732—76 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 6, подкласс 6.1, классификационный шифр группы 6112).

На железнодорожные цистерны наносят специальный трафарет «Ядовито» и трафарет приписки.

4.3. Транспортирование — по ГОСТ 6732—76 со следующими дополнениями: по железной дороге технический анилин транспортируют повагонными отправами, а также наливом в специально выделенных железнодорожных цистернах в соответствии с правилами перевозки грузов.

Степень заполнения цистерн не должна превышать 95 %.

4.4. Технический анилин хранят в упаковке изготовителя или закрытых емкостях в крытых складских помещениях при температуре не выше 40 °С.

Пункт 5.2. Заменить слова: «с момента изготовления» на «со дня изготовления».

Пункт 6.4 изложить в новой редакции: «6.4. Все работы с анилином следует проводить с применением индивидуальных средств защиты».

(ИУС № 6 1988 г.)