



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

АНИЛИН СОЛЯНО-КИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5243—77

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

Редактор *М И Максимова*
Технический редактор *О Н Власова*
Корректор *О В Ковш*
Компьютерная верстка *Е Н Мартеняновой*

Изд. лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 29 07 98 Подписано в печать 19 08 98 Усл печ л 0,93 Уч -изд л 0,70 Тираж 162 экз
С1014 Зак 638

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

АНИЛИН СОЛЯНО-КИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical aniline hydrochloride.
Specifications

ГОСТ
5243—77

ОКП 24 7142 0100

Дата введения 01.01.79

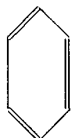
Настоящий стандарт распространяется на технический соляно-кислый анилин, представляющий собой продукт взаимодействия анилина с соляной кислотой.

Технический соляно-кислый анилин предназначен для текстильной, меховой и анилино-красочной промышленности.

Формулы:

эмпирическая C_6H_7NHCl

структурная



$-NH_2 \cdot HCl$

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 129, 59.
(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Продукт должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям соляно-кислый анилин должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма
1. Внешний вид	Кристаллы белого цвета. Допускается слегка сероватый или зеленоватый оттенок
2. Температура начала плавления высушенного продукта, °С, не ниже	196,0
3. Массовая доля соляно-кислого анилина в пересчете на сухой продукт, %, не менее	99
4. Массовая доля воды, %, не более	0,5
5. Массовая доля сульфатов в пересчете на SO_4 , %, не более	0,1
6. Массовая доля нерастворимых в воде примесей, %, не более	0,1

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 6732.1.
(Измененная редакция, Изм. № 4).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3.1. Методы отбора проб — по ГОСТ 6732.2, при этом масса средней пробы должна быть не менее 500 г.

Перед каждым анализом среднюю пробу тщательно перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.2. Внешний вид продукта оценивают визуально.

3.3. Температуру начала плавления продукта, высушенного до постоянной массы в вакуум-эксикаторе над свежeproкаленным хлористым кальцием и тщательно растертого, определяют по ГОСТ 18995.4. Все взвешивания проводят с точностью до четвертого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4. Определение массовой доли соляно-кислого анилина в пересчете на сухой продукт

3.4.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью $\pm 0,7500$ мг.

Термометр.

Колба 1(2)—500—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 25 см³ первого класса точности.

Стакан В(Н)-1(2)—400(600) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ(СН)-14/8 (19/9—34/12) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100(250) и 1(3)—10(25) по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³ второго класса точности.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Калий бромистый по ГОСТ 4160, х.ч., раствор с массовой долей 10 %.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х.ч., раствор молярной концентрации $c(\text{NaNO}_2) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 16923.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага йодкрахмальная; готовят по ГОСТ 4517.

3.4.2. *Проведение анализа*

Около 7,0000 г анализируемого продукта взвешивают в стаканчике для взвешивания, переносят в мерную колбу и растворяют в воде. Объем раствора в колбе доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

25 см³ полученного раствора переносят при помощи пипетки в стакан, приливают 100 см³ воды, 10 см³ соляной кислоты, 10 см³ раствора бромистого калия и титруют раствором азотистокислого натрия при температуре 18—20 °С. В конце титрования азотистокислый натрий прибавляют медленно по каплям.

Конец титрования определяют по появлению слабо-сине-фиолетового пятна при нанесении капли раствора на йодкрахмальную бумагу. Выдержка — 10 мин.

Проверку конца титрования производят дважды.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же количествами реактивов, но без анализируемого продукта.

3.4.1, 3.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю соляно-кислого анилина в пересчете на сухой продукт (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,01296 \cdot (V - V_1) \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{25 \cdot m (100 - X_1)},$$

где V — объем раствора азотистокислого натрия молярной концентрации точно c (NaNO_2) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование в основном опыте, см³;

V_1 — объем раствора азотистокислого натрия молярной концентрации точно c (NaNO_2) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

m — масса навески, г;

0,01296 — масса соляно-кислого анилина, соответствующая 1 см³ раствора азотистокислого натрия молярной концентрации точно c (NaNO_2) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);

X_1 — массовая доля воды в соляно-кислом анилине, определенная по п. 3.5, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,4$ % при доверительной вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.5. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870 методом отгонки с органическим растворителем (метод Дина и Старка). При этом для анализа берут 60 г анализируемого продукта и 100 см³ органического растворителя.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. *Определение массовой доли сульфатов*3.6.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью $\pm 1,5000$ мг.

Колба Кн-1(2)—50(100)—14/23 (19/26—29/32) по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ(СН)—14/8(19/9—34/12) по ГОСТ 25336.

Пробирка П-1(2)—25—0,2 ХС по ГОСТ 1770.

Пипетка градуированная вместимостью 1 см³ первого класса точности.

Цилиндр 1(3)—10(25)—2 по ГОСТ 1770.

Воронка В-25(36)—38(50, 80) по ГОСТ 25336.

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

Анилин гидрохлорид по ГОСТ 5822, не содержащий SO_4 .

Раствор сравнения, содержащий 1 мг SO_4 в 1 см³ раствора, готовят по ГОСТ 4212.

Барий хлорид 2-водный по ГОСТ 4108, х.ч., раствор с массовой долей 10 %, профильтрованный через обеззоленный фильтр «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.6.2. *Проведение анализа*

Около 2,00 г анализируемого продукта взвешивают в стаканчике для взвешивания, переносят в коническую колбу (с меткой на 20 см³), растворяют в воде и доводят объем раствора водой до метки. Раствор фильтруют на воронке через обеззоленный фильтр «синяя лента».

10 см³ фильтрата помещают в пробирку вместимостью 25 см³, в другую такую же пробирку помещают 1 см³ раствора сравнения, 1 г анилина гидрохлорида, не содержащего SO_4 , и добавляют воду до объема 10 см³. После полного растворения анилина гидрохлорида, не содержащего SO_4 , в обе пробирки прибавляют по 1 см³ раствора хлорида бария и тщательно перемешивают.

Наблюдаемая на темном фоне опалесценция анализируемого раствора должна быть не интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в том же объеме 1 мг SO_4 .

3.6.1, 3.6.2. (Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3.7. *Определение массовой доли нерастворимых в воде примесей*3.7.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 г и погрешностью $\pm 0,7500$ и 1,5000 мг соответственно.

Термостат, обеспечивающий температуру 95—100 °С.

Стакан В(Н)-1(2)—250(400) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—250(500)—2 по ГОСТ 1770.

Стаканчик СВ(СН)-14/8 (19/9—34/12) по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера 2(3) по ГОСТ 9147.

Фильтр обеззоленный «белая лента» или воронка ВФ-1—40ПОР 10(16) по ГОСТ 25336.

Термометр.

Серебро азотнокислородное по ГОСТ 1277, раствор молярной концентрации (AgNO_3) = 1 моль/дм³ (0,1 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.7.2. Около 10,00 г анализируемого продукта взвешивают в стаканчике для взвешивания, переносят в стакан и растворяют в 200 см³ воды. Полученный раствор фильтруют на воронке Бюхнера под разрежением через обеззоленный фильтр, предварительно промытый горячей водой (70—80 °С) и высушенный в стаканчике для взвешивания при 95—100 °С до постоянной массы. Диаметр фильтра должен быть на 3—4 см больше диаметра воронки. Фильтр вкладывают в воронку в виде «корзиночки».

При фильтровании раствора под этот фильтр подкладывают другой, который не сушат и не взвешивают. Фильтровать можно также через предварительно промытую, высушенную в тех же условиях и взвешенную до постоянной массы стеклянную фильтрующую воронку.

Осадок на фильтре промывают горячей водой (70—80 °С) до отрицательной реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислородного серебра).

Фильтр с осадком сушат в сушильном шкафу при 95—100 °С в том же стаканчике для взвешивания до постоянной массы. Все взвешивания проводят с точностью до четвертого десятичного знака.

3.7.1, 3.7.2. (Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимых в воде примесей (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески, г;

m_1 — масса стаканчика для взвешивания и фильтра, г;

m_2 — масса стаканчика для взвешивания и фильтра с высушенным осадком, г.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,4$ % при доверительной вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Упаковка соляно-кислого анилина — по ГОСТ 6732.3.

Соляно-кислый анилин упаковывают в деревянные бочки по ГОСТ 8777 вместимостью 100—150 дм³.

Допускается упаковывать продукт в фанерные барабаны типа 1 по ГОСТ 9338 вместимостью 93 дм³.

В качестве вкладышей для бочек и барабанов применяют пленочные мешки.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

4.2. Маркировка — по ГОСТ 6732.4 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6б, классификационный шифр 6163), серийный номер ООН — 1548.

4.3. При поставке продукта на экспорт упаковку, маркировку и транспортирование соляно-кислого анилина производят в соответствии с требованиями внешнеторговой фирмы.

4.4. Транспортирование — по ГОСТ 6732.5.

Соляно-кислый анилин транспортируют транспортом всех видов в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

По железной дороге соляно-кислый анилин транспортируют повагонно и мелкими отправлениями в соответствии с «Правилами перевозок опасных грузов» (сборник № 340, раздел 42).

4.2—4.4. (Измененная редакция, Изм. № 4).

4.5. Соляно-кислый анилин хранят в упаковке изготовителя в закрытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие соляно-кислого анилина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

5.2. Гарантийный срок хранения — шесть месяцев со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Соляно-кислый анилин — горючее вещество.

Температура плавления — 198 °С, хорошо растворяется в воде. Температура вспышки в открытом тигле — 193 °С. Температура самовоспламенения — 507 °С. Нижний концентрационный предел распространения пламени — 123 г/м³. Максимальное давление взрыва — 69 кПа. Средняя скорость при нарастании давления — 294 кПа/с при концентрации пыли 200 г/м³.

Средства тушения: вода со смачивателем, пена, порошок ПФ.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

6.2. Соляно-кислый анилин — вещество высокоопасное (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005). Предельно допустимая концентрация анилина в воздухе рабочей зоны — 0,1 мг/м³.

Отравление возможно при вдыхании паров, пыли и попадании продукта на кожу.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

6.3. При попадании продукта на кожу следует пораженное место смыть струей холодной воды. Теплый душ запрещен.

Первая помощь при отравлении — выход из отравленной зоны на свежий воздух.

6.4. Меры предупреждения загорания и отравления: герметизация аппаратуры, механизация загрузки и выгрузки.

Помещение, где проводятся работы с продуктом, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

В местах возможного пыления должны быть оборудованы местные вентиляционные отсосы.

Технологический процесс должен быть механизирован, а оборудование — герметизировано.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

6.5. (Исключен, Изм. № 4).

6.6. При работе с продуктом следует применять меры, предупреждающие его пыление. Ежедневно проводить влажную уборку помещения.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

6.7. При работе с продуктом необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты (по ГОСТ 12.4.011, ГОСТ 12.4.103) от попадания продукта на кожные покровы, слизистые оболочки и проникновения его в органы дыхания и пищеварения.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

6.8. Способ утилизации продукта: соляно-кислый анилин, не прошедший испытания, возвращают для переработки на производство.

Сточные воды подщелачивают. После расслаивания полученной эмульсии анилин используют в производстве, а воду обезвреживают на биологических сооружениях предприятия.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М.А. Чекалин канд. хим. наук (руководитель темы), А.А. Черкасский канд. хим. наук,
В.Е. Шанина, Е.Б. Яновщинская

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.12.77 № 2829

Изменение № 4 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21.10.94)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Грузия	Грузстандарт
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	Госстандарт Украины

3. ВЗАМЕН ГОСТ 5243—68

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	6.2	ГОСТ 6732.2—89	3.1
ГОСТ 12.4.011—89	6.7	ГОСТ 6732.3—89	4.1
ГОСТ 12.4.103—83	6.7	ГОСТ 6732.4—89	4.2
ГОСТ 1277—75	3.7.1	ГОСТ 6732.5—89	4.4
ГОСТ 1770—74	3.4.1; 3.6.1; 3.7.1	ГОСТ 8777—80	4.1
ГОСТ 3118—77	3.4.1	ГОСТ 9147—80	3.7.1
ГОСТ 4108—72	3.6.1	ГОСТ 9338—80	4.1
ГОСТ 4160—74	3.4.1	ГОСТ 14870—77	3.5
ГОСТ 4197—74	3.4.1	ГОСТ 16923—83	3.4.1
ГОСТ 4212—76	3.6.1	ГОСТ 18995.4—73	3.3
ГОСТ 4517—87	3.4.1	ГОСТ 19433—88	4.2
ГОСТ 5822—78	3.6.1	ГОСТ 24104—88	3.4.1; 3.6.1; 3.7.1
ГОСТ 6709—72	3.4.1; 3.6.1; 3.7.1	ГОСТ 25336—82	3.4.1; 3.6.1; 3.7.1
ГОСТ 6732.1—89	2.1	ГОСТ 27025—86	3.1a

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в апреле 1983 г., апреле 1985 г., марте 1989 г., апреле 1996 г. (ИУС 8—83, 7—85, 6—89, 7—96)