

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АЦЕТОНЦИАНГИДРИН ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Е

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

С.А. Аржаков, В.И. Афанасьева, Е.А. Сивенков, А.Н. Костюченко, Э.В. Зимина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30.05.77 № 1385

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13198—67

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	6.3
ГОСТ 12.4.026—76	6.6
ГОСТ 12.4.121—83	6.2
ГОСТ 1770—74	3.4.2; 3.8.1
ГОСТ 2517—85	3.1
ГОСТ 2603—79	3.6.1
ГОСТ 4328—77	3.4.2; 3.7.1
ГОСТ 4461—77	3.6.1
ГОСТ 4520—78	3.6.1
ГОСТ 5456—79	3.4.2
ГОСТ 6247—79	4.1
ГОСТ 6709—72	3.4.2; 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 14192—96	4.3
ГОСТ 14870—77	3.5
ГОСТ 14871—76	3.3
ГОСТ 18300—87	3.6.1; 3.7.1
ГОСТ 19433—88	4.3
ГОСТ 25336—82	3.4.2; 3.6.1; 3.7.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1983 г., октябре 1986 г., декабре 1990 г. (12—83, 1—87, 4—91)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Какуркина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.03.99. Подписано в печать 12.04.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,80.
Тираж 138 экз. С 2565. Зак. 342.

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АЦЕТОНЦИАНГИДРИН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

ГОСТ
13198—77Technical acetonecyanohydrin.
Specifications

ОКП 24 2322 0100 03

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на технический ацетонциангидрин, получаемый взаимодействием ацетона и синильной кислоты и устанавливает требования к техническому ацетонциангидрину, изготовляемому для нужд экономики страны (получения метакриловых мономеров, порофора ЧХЗ-57 и других продуктов) и экспорта.

Формула: $(\text{CH}_3)_2\text{C(OH)CN}$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 85,11.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Ацетонциангидрин должен выпускаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям ацетонциангидрин должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма
1 Цветность, не более	15
2 Массовая доля основного вещества, %, не менее	99,4
3 Массовая доля воды, %, не более	0,2
4 Массовая доля синильной кислоты, %, не более	0,04
5 Массовая доля кислот в пересчете на серную кислоту, %, не более	0,1
6 Нерастворимые в воде примеси	Отсутствуют

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Ацетонциангидрин принимают партиями. Партией считают любое количество ацетонциангидрина, однородного по качественным показателям, но не более 6,5 т, сопровождаемого одним документом о качестве.

При поставке ацетонциангидрина в цистернах и контейнерах партией считают каждую цистерну, контейнер.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное
Е

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

2.2. Каждая партия ацетонциангидрина должна сопровождаться документом, удостоверяющим соответствие качества продукта требованиям настоящего стандарта.

Документ должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии и дату изготовления;

результаты проведенных анализов и подтверждение о соответствии качества ацетонциангидрина требованиям настоящего стандарта;

массу брутто и нетто;

обозначение настоящего стандарта;

подтверждение о нанесении на упаковку знака опасности.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Для проверки качества ацетонциангидрина пробы отбирают от каждой цистерны или контейнера, или 10 % бочек, но не менее трех.

2.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторный анализ проб, отобранных от удвоенной выборки той же партии или вновь отобранной пробы из цистерны или контейнера.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

2.3, 2.4. (Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы из бочек отбирают чистой сухой стеклянной трубкой диаметром 10—12 мм, погружая ее до дна. Пробу из железнодорожных цистерн или контейнеров отбирают по ГОСТ 2517 пробоотборником равными частями сверху, из середины и снизу.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и отбирают среднюю пробу в объеме 250 см³, которую помещают в чистую сухую плотно закрываемую банку. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, номера партии, даты и места отбора пробы. Перед анализом среднюю пробу тщательно перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Цветность определяют по ГОСТ 14871 по бихроматной шкале визуальным или фотометрическим методом.

При определении цветности фотометрическим методом измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к раствору серной кислоты с массовой долей 1 % на фотозлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 400—450 нм. По полученным данным строят график, откладывая по оси абсцисс показатели цветности растворов сравнения, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

Измеряют оптическую плотность анализируемого ацетонциангидрина и по графику определяют цветность.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Массовую долю ацетонциангидрина определяют по разности, вычитая из 100 % массу дою ацетона, воды, синильной кислоты и кислот.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 %.

3.4.1. Определение массовой доли ацетона

3.4.2. Реактивы, посуда и приборы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 4 %.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³.

Стакан Н-2—100 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 10 см³.

Пипетка вместимостью 5 см³.

Мешалка магнитная.

pH-метр лабораторный.

3.4.3. Проведение анализа

В стакан вносят 25 см³ раствора гидроксидов гидрохлорида, затем помещают стеклянный и каломельный или стеклянный и проточный вспомогательный электроды и при перемешивании содержимого стакана на магнитной мешалке медленно прибавляют из бюретки раствор едкого натра до рН 3,8—4,0. После этого из пипетки в стакан вносят 5 см³ ацетонциангидрина и при перемешивании содержимого стакана на магнитной мешалке добавляют раствор гидроокиси натрия в начале титрования быстро, а в конце медленно до рН 3,8—4,0.

3.4.4. Обработка результатов

Массовую долю ацетона (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,0058 \cdot 100}{V_1 \cdot 0,930} - X_2 \cdot 0,59,$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование соляной кислоты, выделившейся после введения ацетонциангидрина в гидроксидный раствор, см³;

0,0058 — масса ацетона, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

V_1 — объем ацетонциангидрина, взятый для анализа, см³;

0,930 — плотность ацетонциангидрина, г/см³;

X_2 — массовая доля кислот, определяемая по п. 3.7, %;

0,59 — коэффициент пересчета.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 %.

3.4.2—3.4.4. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870 с использованием реактива Фишера или йод-ацетатного раствора.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 %.

3.6. Определение массовой доли синильной кислоты

3.6.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Дифенилкарбазон, раствор с массовой долей 1 % в этиловом спирте или ацетоне.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор концентрации $c(\text{HNO}_3) = 1$ моль/дм³.

Ртуть азотнокислая окисная по ГОСТ 4520, раствор концентрации $c(1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2) = 0,05$ моль/дм³.

Колба Кн-1—100—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см³.

Бюретки вместимостью 3 и 10 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6.2. Проведение анализа

В коническую колбу вносят 20 см³ дистиллированной воды, 5 см³ азотной кислоты, 5 см³ ацетонциангидрина, 0,4 см³ дифенилкарбазона и титруют раствором азотнокислой ртути до не исчезающей сине-фиолетовой окраски.

Параллельно в таких же условиях проводят контрольный опыт.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6.3. Обработка результатов

Массовую долю синильной кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,00135 \cdot 100}{V_2 \cdot 0,930},$$

где V — объем раствора азотнокислой ртути концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора азотнокислой ртути концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

0,00135 — масса синильной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислой ртути концентрации точно 0,05 моль/дм³, г;

V_2 — объем ацетонциангидрина при $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, см³;

0,930 — плотность ацетонциангидрина при $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.7. Определение массовой доли кислот в пересчете на серную кислоту

3.7.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,01$ моль/дм³.

Колба Кн-1—100—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 5 см³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

3.7.2. *Проведение анализа*

В колбу вносят 20 см³ дистиллированной воды и 5 см³ ацетонциангидрина. К содержимому колбы добавляют 2—3 капли метилового оранжевого и титруют раствором гидроокиси натрия до исчезновения розовой окраски.

3.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кислот в пересчете на серную кислоту (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,00049 \cdot 100}{V_1 \cdot 0,930},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,00049 — масса серной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, г;

V_1 — объем ацетонциангидрина, взятый для анализа при (20 ± 5) °С, см³;

0,930 — плотность при 20 °С, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02 %.

3.7.1—3.7.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.8. Определение нерастворимых в воде примесей

3.8.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.2. *Проведение анализа*

Нерастворимые в воде примеси определяют смешиванием в цилиндре 25 см³ ацетонциангидрина и 25 см³ дистиллированной воды. Раствор должен быть прозрачным.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Ацетонциангидрин заливают в собственные цистерны грузоотправителя (грузополучателя) или арендованные стальные железнодорожные цистерны с верхним сливом, оборудованные предохранительным колпаком.

По соглашению с потребителем допускается поставлять технический ацетонциангидрин в стальных бочках по ГОСТ 6247, тип II, вместимостью 200, 275 дм³.

Ацетонциангидрин, предназначенный для экспорта, транспортируют в специальных импортных контейнерах типа 1Н 79—1А с верхним сливом, оборудованных предохранительным колпаком, грузоподъемностью 20 т.

Конструкция сливо-наливных устройств, контейнеров должна обеспечивать невозможность вскрытия их в пути следования.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4.2. Под пробки бочек и под крышу люка цистерн и контейнеров ставят прокладки из пластика или резины и герметично закрывают.

На пробки бочек сверху навинчивают колпак.

Коэффициент заполнения тары — 0,9.

Бочки, цистерны и контейнеры с ацетонциангидрином должны быть опломбированы пломбой изготовителя. При заполнении цистерны ацетонциангидрином необходимо учитывать полное использование вместимости цистерны с учетом объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от нагрева» и знаков опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6а, классификационный шифр 6111, серийный номер ООН 1541), а также следующих дополнительных данных:

наименования предприятия-изготовителя и его товарного знака;

наименования продукта и его сорта;

номера партии и даты изготовления;

массы брутто и нетто;

обозначения настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.4. (Исключен, Изм. № 2).

4.5. Ацетонциангидрин транспортируют в железнодорожных цистернах, специальных контейнерах на открытом подвижном составе в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на железнодорожном транспорте, и автомашинах в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на автомобильном транспорте.

Железнодорожным транспортом ацетонциангидрин в бочках транспортируют в специально выделенных крытых вагонах повагонными отправками.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.6. Ацетонциангидрин хранят в крытых неотапливаемых складских помещениях, отвечающих требованиям к складам, предназначенным для хранения ядовитых и огнеопасных веществ. Допускается хранение готовой продукции на открытом воздухе в стальных емкостях, окрашенных в светлый цвет, и бочках, защищенных от попадания прямых солнечных лучей.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие выпускаемого ацетонциангидрина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Ацетонциангидрин — горючая прозрачная жидкость.

Температура вспышки 76 °С. Температура воспламенения 78 °С. Температура самовоспламенения 544 °С.

Концентрационные пределы воспламенения:

нижний — 2,2 % (об);

верхний — 12 % (об).

Температурные пределы воспламенения:

нижний 38 °С,

верхний 84 °С.

Показатели пожаровзрывоопасности подлежат проверке при изменении технологии производства.

При загорании ацетонциангидрина для тушения применяют следующие огнетушащие вещества: распыленную воду, пену, песок.

6.2. Ацетонциангидрин — токсичное вещество, относится к сильнодействующим ядовитым веществам группы 4А ферментного типа. При повышенной температуре и в щелочной среде способен разлагаться на ацетон и синильную кислоту, наличие которых обуславливает его высокую токсичность.

При высоких температурах (условия пожара) возможно образование окиси углерода, двуокиси углерода, воды, синильной кислоты.

Средство защиты органов дыхания в условиях пожара — фильтрующий противогаз с коробкой марки В или БКФ по ГОСТ 12.4.121.

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

6.3. По степени воздействия на организм человека ацетонциангидрин отнесен ко 2-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

Отравление может произойти через дыхательные пути, кожу и пищеварительный тракт.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.4. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны (ПДК) — 0,9 мг/м³.

6.5. При работе с ацетонциангидрином должны строго соблюдаться требования «Санитарных правил организации технологических процессов и гигиенических требований к производственному оборудованию».

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.6. Все виды работ с ацетонциангидрином должны проводиться в помещениях с эффективным воздухообменом, осуществляемым приточно-вытяжной вентиляцией.

Не допускается проводить в этих помещениях работы с применением открытого огня, необходимо наличие знака безопасности «Запрещается пользоваться открытым огнем» по ГОСТ 12.4.026. Помещения должны соответствовать санитарным нормам. При розливе продукта его следует дегазировать 10 %-ным водным раствором гидроокиси натрия и двухвалентного сульфата железа, в соотношении 1 : 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

6.7. Весь работающий с ацетонциангидрином персонал должен быть обеспечен спецодеждой по отраслевым нормам выдачи спецодежды и средствами защиты: фильтрующим противогазом с коробкой марки В или БКФ.

6.8. Контроль параметров вредности и опасности

Ацетонциангидрин определяют методом, который основан на образовании полиметинового красителя дианилида глутаконового альдегида с пиридином и анилином.

Чувствительность метода 0,0001 мг в 0,5 см³ раствора.