

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н И Й С Т А Н Д А Р Т

4-НИТРОТОЛУОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**4-НИТРОТОЛУОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ****Технические условия**

Technical 4-nitrotoluol.
Specifications

**ГОСТ
7197-73**

ОКП 24 7125

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на технический 4-нитротолуол, применяемый в качестве исходного вещества в производстве промежуточных продуктов для красителей и фармацевтических препаратов.

Формулы:

эмпирическая $C_7H_7O_2N$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 137,14.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. По физико-химическим показателям 4-нитротолуол должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма ОКП 24 7125 0120
1. Внешний вид	Чешуйчатый или плавленый продукт светло-желтого цвета
2. Массовая доля 4-нитротолуола, %, не менее	99,5
3. Массовая доля 2-нитротолуола, %, не более	0,1
4. Массовая доля 3-нитротолуола, %, не более	0,3
5. Массовая доля динитротолуолов, %, не более	0,1
6. Массовая доля воды, %, не более	0,1
7. Температура кристаллизации высшенного продукта, °C, не ниже	51,2

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. 4-Нитротолуол — горючее вещество, температура вспышки в открытом тигле 118 °С, температура воспламенения 119 °С, температура самовоспламенения 481 °С. Нижний температурный предел воспламенения — 84 °С, верхний — 140 °С.

2а.2. Меры предупреждения загораний: герметизация емкостей и упаковок с продуктом и удаление их от источников тепла и открытого огня.

В случае загорания тушить водой, пеной, инертными газами. При этом иметь в виду, что горение 4-нитротолуола может сопровождаться выделением ядовитых газов — окислов азота.

Предельно допустимая концентрация окислов азота в воздухе рабочей зоны — 5 мг/м³.

2а.3. 4-Нитротолуол действует на центральную нервную систему и органы кроветворения. Обладает способностью проникать в организм человека через неповрежденную кожу и при вдыхании его пыли и паров. Может вызвать как острые, так и хронические профессиональные отравления.

4-Нитротолуол — вещество 3-го класса опасности по ГОСТ 12.1.005.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны составляет 3 мг/м³.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2а.4. Меры предупреждения отравлений: механизация и автоматизация процессов производства и применения 4-нитротолуола; герметизация аппаратуры и трубопроводов, исключающая пыление, пролив расплавленного продукта или выброс паров в помещение; наличие эффективной общей и местной вентиляции, а также применение индивидуальных средств защиты по ГОСТ 12.4.011 и ГОСТ 12.4.103.

2а.5. При отборе проб, проведении анализов и применении 4-нитротолуола необходимо избегать попадания продукта на кожу, спецодежду и обувь и вдыхания его пыли и паров.

2а.6. При попадании продукта на кожу он должен быть немедленно смыт водой.

При попадании продукта в глаза их следует хорошо промыть обильной струей воды и обратиться к врачу.

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

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 6732.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2.2, 2.3. (Исключены, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 6732.2.

Масса средней пробы должна быть не менее 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. (Исключен, Изм. № 3).

3.3. (Исключен, Изм. № 1).

3.4. Перед каждым анализом среднюю пробу нагревают до полного расплавления продукта и тщательно перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Внешний вид определяют визуально.

3.6. Массовую долю 4-нитротолуола определяют по разности, вычитая из 100 % сумму примесей (2-нитротолуол, 3-нитротолуол, динитротолуолы), содержащихся в техническом продукте.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7. Определение массовой доли 2-нитротолуола, 3-нитротолуола и динитротолуолов

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7.1 *Аппаратура, посуда и реактивы*

Хроматограф газовый с детектором ионизации в пламени.

Колонка хроматографическая стеклянная или из нержавеющей стали длиной 3 м, внутренним диаметром 3—4 мм.

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

Микрошприц МШ-10.

Пипетка вместимостью 5 см³.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Колба 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Жидкая фаза типа «силикон ХЕ-60».

Твердая фаза типа «хезасорб AW-HMD S», «хроматон N—AW» и другие с частицами размером 0,200—0,360 мм, обработанный силиконом ХЕ — 5 % от массы твердого носителя.

Воздух сжатый для питания приборов.

Водород технический марки А по ГОСТ 3022.

Газ-носитель — азот газообразный технический по ГОСТ 9293.

Ацетон по ГОСТ 2603.

1,2-Дихлорбензол, ч. («внутренний эталон» для определения мононитротолуолов).

1,3-Динитробензол, перекристаллизованный из спирта («внутренний эталон» для определения динитротолуолов).

3-Нитротолуол с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

2-Нитротолуол по ГОСТ 23487.

3.7.2. Подготовка к анализу

Чистую сухую газохроматографическую колонку заполняют готовой насадкой при непрерывном осторожном постукивании по ней.

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

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

Режим градуировки и работы хроматографа:

Температура испарителя, °С	250—280
Скорость потока газа-носителя (азота), см ³ /мин	30—40
Скорость потока водорода, см ³ /мин	30
Скорость потока воздуха см ³ /мин	по инструкции к прибору
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	240—600
Время анализа, мин	50
Объем вводимой пробы, мм ³	2—5

Для определения массовой доли мононитротолуолов в термостате устанавливают 135—155 °С; для определения массовой доли динитротолуолов — 210—220 °С.

Массовую долю примесей определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов.

Поправочные градуировочные коэффициенты для каждой примеси определяют по анализу искусственных смесей, состоящих из «внутреннего эталона» и определяемых компонентов, по составу близких к составу технического 4-нитротолуола.

Искусственные смеси растворяют в ацетоне.

Градуировочный коэффициент для каждой определяемой примеси (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{x_i}}{m_{x_i} \cdot S_i},$$

где m_i — масса навески определяемой примеси, г;

S_{x_i} — площадь пика «внутреннего эталона», мм²;

m_{x_i} — масса навески «внутреннего эталона», г;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм².

3.7.3. Проведение анализа

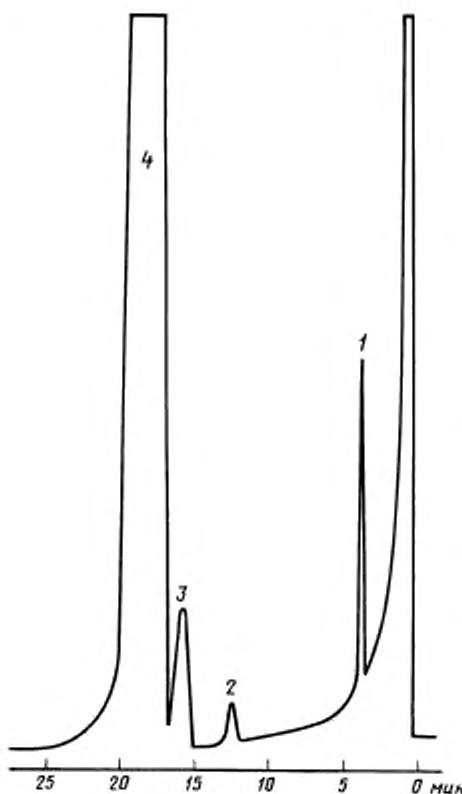
Около 2,0000—3,0000 г 4-нитротолуола взвешивают в стаканчике, добавляют микрошприцем по 0,0100—0,0150 г 1,2-дихлорбензола, 1,3-динитробензола и ацетон до полного растворения образца или добавляют пипеткой 5 см³ раствора «внутренних эталонов» в ацетоне.

* С 01.07.2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

Раствор «внутренних эталонов» готовят следующим образом: около 1,0000 г 1,2-дихлорбензола и 1,3-динитробензола взвешивают в стаканчике, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем ацетоном до метки. Смесь тщательно перемешивают.

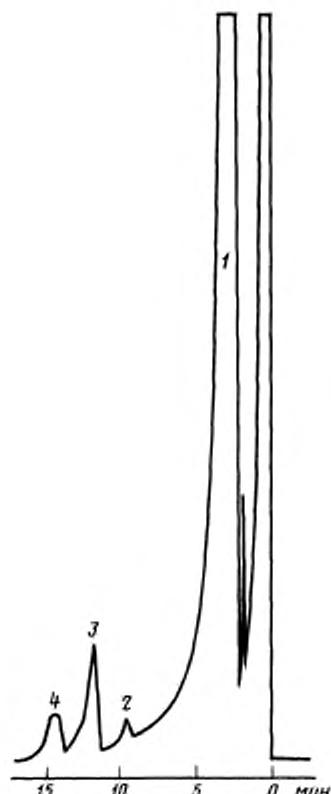
Подготовленную пробу вводят микрошприцем в испаритель хроматографа в таком объеме, чтобы высота пика «внутреннего эталона» была не менее 10 см.

Порядок выхода компонентов из колонки приведен на хроматограммах (черт. 1 и 2).



1 — 1,2-дихлорбензол; 2 — 2-нитротолуол;
3 — 3-нитротолуол; 4 — 4-нитротолуол

Черт. 1



1 — 4-нитротолуол; 2 — 2,6-динитро-
толуол; 3 — 1,3-динитробензол;
4 — 2,4-динитротолуол

Черт. 2

3.7.4. Обработка результатов

Массовую долю определяемой примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot m_{\text{ст}} \cdot 100}{m \cdot S_{\text{ст}}} ,$$

где K_i — градировочный коэффициент определяемой примеси;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

$S_{\text{ст}}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм²;

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

m — масса навески анализируемой пробы, г.

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

Массовую долю 4-нитротолуола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - \sum X_i,$$

где $\sum X_i$ — массовая доля суммы определяемых примесей, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое 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.

3.7.1 — 3.7.4. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.8. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870 (метод Фишера). (Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.9. Температуру кристаллизации определяют по ГОСТ 18995.5 в приборе Жукова.

Продукт предварительно высушивают следующим образом: около 30,00 г 4-нитротолуола помещают в чистую сухую колбу или стеклянный стакан и добавляют около 5 г обезвоженного хлорида кальция. Сосуд накрывают стеклом и помещают в термостат при 55—60 °С. Продукт полностью расплавляют, периодически перемешивая вращением стакана. При наличии влаги на поверхности продукта после его расплавления ее снимают фильтровальной бумагой. Смесь оставляют в термостате на 30 мин. Высущенный продукт осторожно сливают в прибор Жукова, нагретый до 55—60 °С, заполняя его на 2/3 объема.

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

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Упаковка — по ГОСТ 6732.3 в вагоны-цистерны (ГОСТ 10674*).

Перед заполнением вагоны-цистерны должны быть осмотрены и проверены на отсутствие загрязнений, посторонних примесей и воды.

Допускается по согласованию с потребителем упаковывание чешуйированного 4-нитротолуола в бумажные битумированные пяти-шестислойные мешки по ГОСТ 2226 с вложенным в них полизиленовым мешком-вкладышем. При этом полизиленовый мешок-вкладыш и два-три внутренних слоя бумажного мешка послойно заворачивают конвертом и закатывают, остальные три слоя бумажного мешка прошибают машиной.

Масса продукта в одном мешке должна быть (30 ± 1) кг.

4.2. Маркировка — по ГОСТ 6732.4 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1, черт. ба, классификационный шифр 6112, серийный номер ООН 1664) и манипуляционного знака «Герметичная упаковка». На цистерну трафаретом наносят «ЯДОВИТО».

4.3. Транспортирование — по ГОСТ 6732.5.

4.4. Технический 4-нитротолуол хранят в упаковке изготовителя (мешках) или в закрытых стальных емкостях с обогревом, в крытых складских помещениях.

4.1 — 4.4. (Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие выпускаемой продукции требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.2. Гарантийный срок хранения технического 4-нитротолуола — 2 года со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Разд. 6. (Исключен, Изм. № 2).

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51659—2000.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности**
- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 13.11.73 № 2481**
- 3. ВЗАМЕН ГОСТ 7197-61**
- 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	2а.3	ГОСТ 6732.5-89	4.3
ГОСТ 12.4.011-89	2а.4	ГОСТ 9293-74	3.7.1
ГОСТ 12.4.103-83	2а.4	ГОСТ 10674-82	4.1
ГОСТ 1770-74	3.7.1	ГОСТ 14870-77	3.8
ГОСТ 2226-88	4.1	ГОСТ 18995.5-73	3.9
ГОСТ 2603-79	3.7.1	ГОСТ 19433-88	4.2
ГОСТ 3022-80	3.7.1	ГОСТ 23487-79	3.7.1
ГОСТ 6732.1-89	2.1	ГОСТ 24104-88	3.7.1
ГОСТ 6732.2-89	3.1	ГОСТ 25336-82	3.7.1
ГОСТ 6732.3-89	4.1	ГОСТ 27025-86	3.1а
ГОСТ 6732.4-89	4.2		

- 5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 03.04.91 № 421**
- 6. ИЗДАНИЕ (апрель 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в марте 1981 г., марте 1986 г., апреле 1991 г. (ИУС 6-81, 6-86, 6-91)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
 Технический редактор *О.Н. Власова*
 Корректор *В.Н. Кануркина*
 Компьютерная верстка *В.Н. Грищенко*

Изд. лин. № 02354 от 14.07.2000.

Подписано в печать 06.06.2002.

Усл. печ. л. 0,93.

Уч.-изд. л. 0,68.

Тираж 40 экз.

С 6181.

Зак. 194.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Коломенский пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
 Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов