

Изменение № 2 ГОСТ 5234—78 Красители органические. Черный Д для меха. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.03.88 № 652

**Дата введения 01.10.88
в части марки А — 01.07.91**

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «1,4-фенилендиамин технический. Технические условия

1,4-phenylenediamine technical. Specifications».

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 24 6222 9020 на ОКП 24 7221 0400.

По всему тексту стандарта заменить слова: «Краситель органический. Черный Д для меха» на «1,4-фенилендиамин».

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на технический 1,4-фенилендиамин, предназначенный для производства высокопрочных термостойких волокон, для крашения меха, а также для синтеза промежуточных продуктов»;

исключить слова: «Настоящий стандарт устанавливает требования к красителю, изготовляемому для нужд народного хозяйства и для поставки на экспорт».

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. Технические требования

1.1. В зависимости от способа получения и назначения 1,4-фенилендиамин выпускают двух марок: марки А — из анилина, предназначенного для производства высокопрочных термостойких волокон и для крашения меха; марки Б — из 4-нитроанилина, предназначенного для крашения меха, а также для синтеза промежуточных продуктов.

1.2. 1,4-фенилендиамин должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.3. По физико-химическим показателям 1,4-фенилендиамин должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

(Продолжение см. с. 256)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5234—78)

Наименование показателя	Норма для марки	
	А	Б
	ОКП 24 7221 0430	ОКП 24 7221 0440
1. Внешний вид	Чешуйки светло-серого цвета с розоватым или лиловым оттенком	Монолит или куски серого цвета с фиолетовым оттенком
2. Массовая доля основного вещества (1,4-фенилендиамина), %, не менее	99	97,5
3. Оттенок	Соответствует стандартному образцу	Соответствует стандартному образцу
4. Температура начала плавления, °С, не ниже	140	—
5. Оптическая плотность раствора 1,4-фенилендиамина в хлороформе с массовой долей 1,5 %, не более	0,8	—
6. Массовая доля воды, %, не более	0,3	—
7. Массовая доля золы, %, не более	0,05	—
8. Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %, не более	—	0,5
9. Массовая доля тиосульфата натрия, %, не более	—	0,5

Примечание. Показатели 3, 9 не определяют для продукта, предназначенного для синтеза промежуточных продуктов и высокопрочных термостойких волокон».

Пункты 2.2, 2.3 изложить в новой редакции: «2.2. 1,4-фенилендиамин — чрезвычайно опасное вещество (1-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007—76).

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны — 0,05 мг/м³.

(Продолжение см. с. 257)

Помещение, в котором проводится работа с продуктом, должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией, аппаратура герметизирована, загрузка и выгрузка механизированы.

В местах возможного пыления должны быть оборудованы местные вентиляционные отсосы.

2.3. При отборе проб, испытании и применении 1,4-фенилендиамина работающие должны быть обеспечены индивидуальными средствами защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.011—87 и ГОСТ 12.4.103—83 от попадания продукта в глаза, на кожу и проникновения его паров и пыли в органы дыхания.

Пункт 3.1 дополнить словами: «Масса партии должна быть не менее 500 кг».

Пункт 4.1. Заменить значение: 500 г на 100 г.

Пункт 4.3 дополнить словами: «для марки Б».

Пункт 4.3.1. Заменить слова и ссылки: «тиосульфат натрия» на «натрия тиосульфат»; СТ СЭВ 223—75 на ГОСТ 27068—86, ГОСТ 2603—71 на ГОСТ 2603—79, ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87; исключить ссылку: ГОСТ 10576—74.

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.3а — 4.3а.4:

«4.3а. Определение массовой доли основного вещества для марки А

4.3а.1. *Аппаратура, растворы и реактивы*

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

Универсальный иономер ЭВ-74 или аналогичный прибор другого типа с той же чувствительностью.

Мешалка магнитная любого типа.

Ячейка для титрования: стакан В-2-100 по ГОСТ 25336—82, снабженный крышкой из тефлона с тремя отверстиями для бюретки по ГОСТ 20292—74 и электродов.

Электрод стеклянный марки ЭСЛ-11Г-05.

Электрод хлорсеребряный марки ЭВА-1-М-3, заполненный насыщенным раствором хлористого калия в уксусной кислоте при температуре $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Бюретка 3-2-25-0,1 по ГОСТ 20292—74.

Кислота хлорная, х. ч. и раствор с массовой долей 57 %.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, ч. д. а.

Кислота уксусная, х. ч. по ГОСТ 61—75, х. ч.

Калий фталевокислый кислый (бифталат калия), фиксагал.

4.3а.2. *Приготовление титранта*

Для приготовления 1,0 дм³ раствора хлорной кислоты молярной концентрации эквивалента 0,15 моль/дм³ в 1,0 дм³ уксусной кислоты растворяют, тщательно перемешивая, 18 см³ хлорной кислоты. Поправочный коэффициент к титру раствора устанавливают потенциометрически по навескам бифталата калия.

Титр хлорной кислоты устойчив в течение месяца.

4.3а.3. *Проведение испытания*

Навеску испытуемого образца массой 0,1400—0,1600 г переносят в стакан для титрования, смывая ее 40—50 см³ уксусной кислоты, и титруют потенциометрически, непрерывно перемешивая, прибавляя титрант сначала порциями по 0,5 см³, а в области точки эквивалентности — по 0,1 см³. В результате титрования наблюдается один скачок потенциала, соответствующий концу титрования двух аминогрупп 1,4-фенилендиамина. Эквивалентный расход титранта вычисляют методом второй производной.

4.3а.4. *Обработка результатов*

Массовую долю 1,4-фенилендиамина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,0081105 \cdot V \cdot 100}{m},$$

(Продолжение см. с. 258)

где 0,0081105 — масса 1,4-фенилендиамина, соответствующая 1 см³ раствора титранта концентрации точно 0,15 моль/дм³, г;

V — объем раствора титранта концентрации точно 0,15 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески испытуемого образца, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать допускаемое расхождение, равное 0,5 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата испытаний $\pm 0,43$ % при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 4.6.2 изложить в новой редакции: «4.6.2. *Аппаратура, реактивы, материалы и растворы*

Аммиак водный технический по ГОСТ 9—77, раствор с массовой долей 25 %.

Калия бихромат технический по ГОСТ 2652—78.

Кислота уксусная синтетическая и регенерированная по ГОСТ 19814—74, раствор с массовой долей 30 %.

Водорода перекись по ГОСТ 177—77, раствор с массовой долей 30 %.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Глицерин дистиллированный по ГОСТ 6824—76.

Вещества вспомогательные ОП-7 и ОП-10 по ГОСТ 8433—81.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Опилки древесные твердых лиственных пород.

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

Колба мерная 2—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба мерная 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Стакан Н-1—250 ТХС или Н-2—250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н-1—100 ТХС или Н-2—100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Часы песочные».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.7—4.10: «4.7. *Температуру плавления* определять по ГОСТ 18995.4—73.

4.8. *Определение оптической плотности раствора 1,4-фенилендиамина в хлороформе с массовой долей 1,5 %*

4.8.1. *Аппаратура и реактивы*

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

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 М или аналогичного типа.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74 свежеперегнанный для спектроскопии.

4.8.2. *Проведение испытания*

Оптическую плотность раствора определяют по ГОСТ 14871—76 фотометрическим методом. Навеску массой 0,3000 г тщательно растертого испытуемого вещества растворяют в 20 см³ хлороформа и измеряют оптическую плотность в кювете при толщине поглощающего свет слоя раствора 30 мм с применением фиолетового светофильтра ($\lambda=400\pm 5$ нм).

Раствор сравнения — хлороформ.

Время проведения измерения — 5—7 мин с момента растворения.

При увеличении времени измерения раствор темнеет.

4.9. Массовую долю воды в продукте определяют по ГОСТ 24629—81, применяя в качестве растворителя ледяную уксусную кислоту по ГОСТ 61—75.

4.10. Массовую долю золы определяют по ГОСТ 21119.10—75 прокаливанием с обработкой серной кислотой».

Пункт 5.1 после слов «емкостью 25—100 л» дополнить словами: «в картонные навивные барабаны по ГОСТ 17065—77 емкостью 43 дм³ типа III или в бумажные непротитанные мешки по ГОСТ 2226—75 с пленочным мешком-вкладышем массой нетто не более 20 кг».

Раздел 6 изложить в новой редакции:

«6. Гарантии изготовителя

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 1,4-фенилендиамина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения 1,4-фенилендиамина марки А — 3 мес со дня изготовления, а марки Б — 6 мес со дня изготовления».

(ИУС № 6 1988 г.)