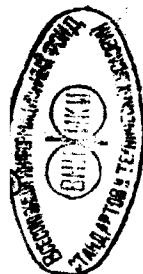


вн. чм. 13/3/95/

313-77
изд 1, 2, 3



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР



АНИЛИН ТЕХНИЧЕСКИЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
ГОСТ 313-77

Издание официальное

Е

313-77
298

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

АНИЛИН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Aniline for industrial use.
Specifications

ГОСТ

313—77

ОКП 24 7141 0100.

Срок действия с 01.01.79

~~до 01.04.94~~

Несоблюдение стандарта преследуется по закону *без ограничения*

Настоящий стандарт распространяется на технический анилин (аминобензол), предназначенный для производства красителей, промежуточных продуктов для красителей, полизоцианатов, лекарственных средств, изготавляемый для нужд народного хозяйства и для экспорта.

Формулы:

эмпирическая $C_6H_5NH_2$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 93,13.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

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

П р и м е ч а н и я:

1. В течение гарантийного срока хранения для технического анилина без стабилизатора цвета допускается изменение цвета до светло-коричневого по истечении одного месяца со дня изготовления.

2. Для технического анилина со стабилизатором цвета показатель 3 таблицы допускается не ниже минус 6,3 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.3. По соглашению изготовителя с потребителем технический анилин изготавливается со стабилизатором цвета. В качестве стабилизатора применяют технический гидразин-гидрат по ГОСТ 19503—74.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки технического анилина — по ГОСТ 6732—76.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Методы отбора проб — по ГОСТ 6732—76.

Масса средней пробы должна быть не менее 500 г. Перед каждым анализом среднюю пробу тщательно перемешивают.

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—88 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.

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 ± 5) °С. 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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Внешний вид продукта оценивают визуально, в пробирке типов П1, П2 или П2Т из бесцветного стекла по ГОСТ 25336—82 в проходящем свете.

3.2, 3.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Температуру кристаллизации технического анилина, приготовленного по п. 3.2, определяют в приборе Жукова по ГОСТ 18995.5—73, разд. 1. Применяют охлаждающую смесь, обеспечивающую охлаждение до минус 20 °С.

Допускается для проведения определения применять термометр ТЛ-4 4—Б 1—8.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. Определение массовой доли анилина в техническом анилине, приготовленном по п. 3.2.

Массовую долю анилина в продукте определяют по разности, вычитая из 100 % сумму примесей (бензол, толуидины, нитробензол, дифенил, дифениламин), определяемых газохроматографическим методом.

3.5.1. Определение суммы органических примесей

3.5.1.1. Приборы, реактивы и посуда

Хроматограф газовый типа «Цвет-100», «Цвет-500» или другого типа с детектором ионизации в пламени и программированием температуры.

Колонка хроматографическая стеклянная или из нержавеющей стали, спиральная, длиной 2 м и внутренним диаметром 2 или 3 мм.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 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.

Неподвижная жидккая фаза — карборансилоксановый полимер КБСН-2.

Носитель твердый хроматон N-AW-DMCS, зернами размером 0,2—0,25 мм.

Водород технический по ГОСТ 3022—80, марка Б.

Азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74.

«Эталон внутренний» — 2-нитроанизол технический, свежеперегнанный.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—74, 1-й сорт.

Углерод четыреххlorистый по ГОСТ 20288—74.

Воздух сжатый для питания приборов.

Бензол по ГОСТ 5955—75, ч. д. а.

o-Толуидин, ч., или m-толуидин, ч., или n-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, свежеперегнанный.

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.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5.1.2. Подготовка к анализу

Приготовление насадки

Насадку готовят следующим образом: неподвижную жидкую фазу — карборансилоксановый полимер КБСН-2 в количестве 5 % от суммы массы твердого носителя и массы неподвижной фазы растворяют в хлороформе. Полученный раствор переносят в испарительную чашку с твердым носителем, предварительно смоченным хлороформом.

Количество хлороформа, используемого для растворения жидкой фазы, должно быть таким, чтобы покрыть всю массу твердого носителя.

Растворитель удаляют нагреванием испарительной чашки с содержимым на песчаной бане при 70—80 °C при непрерывном перемешивании.

Колонку, предварительно промытую и высушеннную, заполняют насадкой, помещают в термостат хроматографа и не подсоединяя к детектору, продувают током азота в следующем режиме: начальная температура термостата (100 ± 3) °C, конечная температура термостата (300 ± 5) °C при скорости изменения температуры не более 4 °C/мин; выдержка при (300 ± 5) °C в течение 6 ч.

Условия работы хроматографа

Начальная температура колонки в течение 6 мин, °С	90
Конечная температура колонки в течение 20 мин, °С	200
Скорость изменения температуры колонки, °С/мин	4
Температура испарителя, °С	270—300
Скорость потока газа-носителя, см ³ /мин	20—30
Скорость потока водорода, см ³ /мин	20—30
Скорость движения диаграммной ленты, мм/мин	4
Объем вводимой пробы, мм ³	0,3—0,4
Продолжительность анализа, мин	34—40

Подготовку к анализу, вывод прибора на рабочий режим производят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа осуществляют по искусственным смесям. Искусственные смеси готовят следующим образом: 0,0050—0,0100 г «внутреннего эталона» и определяемого компонента взвешивают в стаканчике. К навеске приливают 1 см³ четыреххлористого углерода. Смесь перемешивают и вводят в испаритель хроматографа.

При приготовлении искусственной смеси для бензола в качестве растворителя применяют анилин.

Градуировочный коэффициент (K_1) вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{m_1 \cdot S_{\text{эт}}}{m_{\text{эт}} \cdot S_1},$$

где m_1 — масса навески определяемой примеси, г;

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

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

S_1 — площадь пика определяемой примеси, мм².

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.

3.5.1.3. Проведение анализа

2,0000—3,0000 г анализируемого технического анилина взвешивают в стаканчике и добавляют микрошприцем 0,0060—0,0100 г 2-нитроанизола.

Затем смесь тщательно перемешивают и вводят микрошприцем в испаритель хроматографа.

3.5.1.4. Обработка результатов

Массовую долю определяемой примеси (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = K_1 \frac{S_1 \cdot m_{\text{эт}} \cdot 100}{S_{\text{эт}} \cdot m},$$

С. 6 ГОСТ 313—77

где K_1 — градуировочный коэффициент определяемой примеси;
 S_1 — площадь пика определяемой примеси, мм^2 ;
 $S_{\text{вт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм^2 ;
 $m_{\text{вт}}$ — масса навески «внутреннего эталона», г;
 m — масса навески анализируемого технического анилина, г.
Массовую долю анилина (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где ΣX_i — суммарная массовая доля органических примесей, %.
Порядок выхода примесей указан на хроматограмме (черт. 1).
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.

3.6. Определение массовой доли нитробензола в техническом анилине, приготовленном по п. 3.2 (полярографический 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 (HCl) = 1 моль/дм³ (1 н.).

Анилин технический по ГОСТ 313—77, свежеперегнанный.

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 пирогаллола и дистиллированную воду.

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

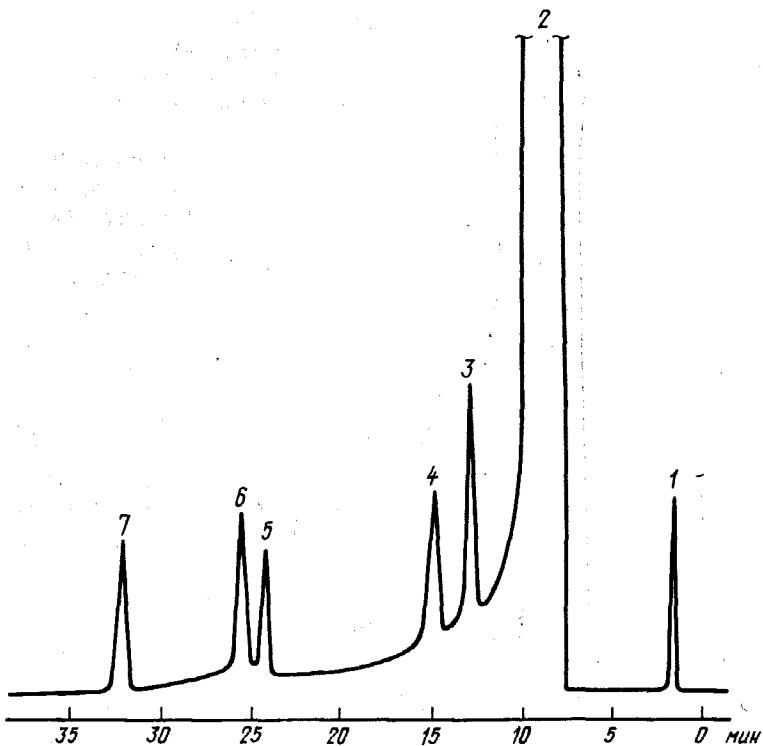
Полярограф ПУ-1 или полярограф с аналогичными метрологическими характеристиками.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 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.



1—бензол; 2—анилин; 3—толуидины; 4—нитробензол; 5—дифенил; 6—ортонитроанизол; 7—дифениламин

Черт. 1

3.6.2. Построение градуировочного графика

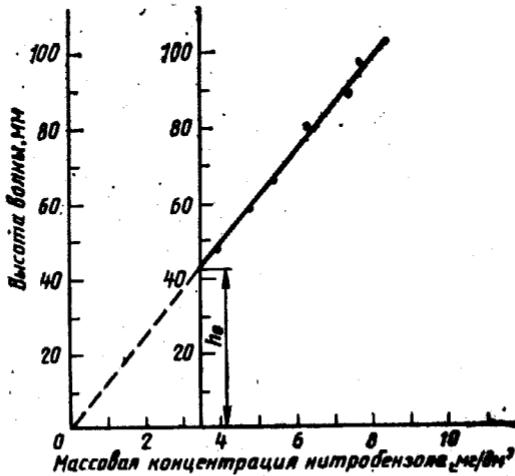
0,0500 г нитробензола растворяют в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают (раствор 1).

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 отсекать 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 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.

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.

3.5, 3.6. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.7. Определение массовой доли воды

Массовую долю воды определяют методом биамперометрического титрования реагентом Фишера.

3.7.1. Приборы, посуда, реактивы и растворы

Мешалка магнитная любого типа.

Прибор для определения массовой доли воды, собранный по специальной схеме (черт. 2).

Допускается применение любого другого прибора для электрометрического определения воды реагентом Фишера, обладающего той же чувствительностью.

Ячейка для титрования, представляющая собой двугорлую колбу вместимостью 50 см³ (черт. 3) с впаянными в стенку электродами из платиновой проволоки диаметром 1 мм.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Пипетки 2—1—10 и 2—2—20 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка для отбора и взвешивания проб по ГОСТ 6859—72.

Бюretка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—74, 1-й сорт.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

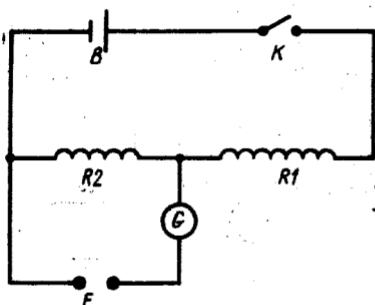
Реактив Фишера, готовят из компонентов готового комплекта и разбавляют хлороформом 1:1. Годен к применению через 24 ч.

3.7.2. Подготовка к анализу

Установка титра реагента Фишера

В ячейку для титрования помещают 10 см³ хлороформа, в центральное горло плотно на пробке вставляют носик бюretки, заполненной реагентом Фишера, и помещают ячейку на магнитную мешалку. Включив мешалку, в ячейку через боковое

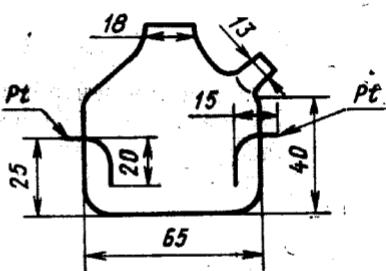
**Электрическая схема прибора
определения массовой доли воды**



B—батарея 1,5 В; *K*—ключ; *R1*—сопротивление 5000 Ом; *R2*—сопротивление 100 Ом; *G*—стрелочный гальванометр; *E*—ячейка с электродами

Черт. 2

Ячейка для биамперометрического титрования



Черт. 3

горло вводят каплю воды (не более 0,02 г). Боковое горло закрывают пробкой. Прибавляют к раствору из бюretteки три капли реактива Фишера и выдерживают до исчезновения интенсивной оранжево-красной окраски. После этого титруют реагентом Фишера до тех пор, пока стрелка гальванометра, отклонившись на всю шкалу, останется в этом положении 1 мин. Расход титранта при этом не регистрируется. Затем бюretteку снова заполняют реагентом Фишера. В ячейку вводят из пипетки еще одну каплю воды и проводят титрование, при этом расход реагента Фишера регистрируется. Пипетку взвешивают до и после отбора капли воды, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

3.7.3. Проведение анализа

В сухую ячейку помещают 20 см³ хлороформа, прибавляют из взвешенной пипетки каплю воды и титруют, не записывая расход реагента Фишера.

Затем в ячейку через боковое горло вводят пипеткой 1,5000—2,5000 г анализируемого технического анилина, горло закрывают пробкой. По разности взвешиваний пипетки определяют навеску анилина. Смесь титруют при перемешивании до того момента, пока стрелка гальванометра, отклонившись на всю шкалу, остается в этом положении 1 мин.

3.7.4. Обработка результатов

Массовую долю воды (*X₃*) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование навески анализируемого технического анилина, см³;

T — титр реактива Фишера, г Н₂O/см³;

m — масса навески анализируемого технического анилина, г.

Титр реактива Фишера (T) в г/см³ вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса капли воды, г;

V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование капли воды, см³.

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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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—88 (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 отправками, 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.

Разд. 4 (Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие технического анилина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Технический анилин — горючая жидкость.

Температура вспышки, °C	79
Минимальная температура самовоспламенения, °C	493
Стандартная температура самовоспламенения, °C	617
Температурные пределы воспламенения, °C:	
нижний	70
верхний	90
Концентрационные пределы воспламенения паров при 140 °C (объемная доля), %:	
нижний	1,2
верхний	8,3
Минимальное содержание кислорода для диффузионного горения (объемная доля), %	13,8

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2. При загорании тушить распыленной водой, химической и воздушно-механической пеной.

6.3. Технический анилин — высокоопасное вещество (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007—76), действует на центральную нервную систему, на кровь, обладает способностью проникать в организм через неповрежденную кожу и при вдыхании его паров.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны (ПДК) 0,1 мг/м³.

Меры предупреждения отравления:

герметизация оборудования и трубопроводов, исключающая разлив продукта и поступление паров в помещение; механизация процессов, связанных с применением анилина; наличие эффективной местной вентиляции.

Дегазацию разлитого анилина проводят 1 %-ным раствором соляной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.4. Все работы с анилином следует проводить с применением индивидуальных средств защиты.

(Измененная редакция, Изм. № 2)

6.5. Помещения, в которых проводятся работы с анилином, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Трофимов, канд. техн. наук (руководитель темы);
В. Е. Шанина; Н. И. Некорошева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.12.77 № 3020

3. ВЗАМЕН ГОСТ 313—69

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	6.3
ГОСТ 427—75	3.5.1.1
ГОСТ 1770—74	3.6.1
ГОСТ 2823—73	3.2.1
ГОСТ 3022—80	3.5.1.1; 3.6.1
ГОСТ 3118—77	3.6.1
ГОСТ 4328—77	3.6.1
ГОСТ 5072—79	3.5.1.1
ГОСТ 5825—70	3.5.1.1
ГОСТ 5955—75	3.5.1.1.
ГОСТ 6247—79	4.1
ГОСТ 6709—72	3.6.1; 3.7.1
ГОСТ 6732—76	2.1; 3.1; 4.1; 4.2; 4.3
ГОСТ 6859—72	3.7.1
ГОСТ 8682—70	3.2.1
ГОСТ 9293—74	3.5.1.1; 3.6.1
ГОСТ 10157—79	3.6.1
ГОСТ 13487—78	3.5.1.1
ГОСТ 18300—87	3.6.1
ГОСТ 18995.5—73	3.4
ГОСТ 19483—88	4.2
ГОСТ 19503—74	1.3
ГОСТ 20015—74	3.5.1.1; 3.7.1
ГОСТ 20288—74	3.5.1.1
ГОСТ 20292—74	3.5.1.1; 3.6.1; 3.7.1

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 24104—88	3.2.1; 3.5.1.1; 3.6.1; 3.7.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1; 3.3; 3.5.1.1; 3.6.1
ГОСТ 25706—83	3.5.1.1

5. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта от 28.03.88 № 822
6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1989 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 11—83, 6—88).

Редактор *Н. П. Щукина*
 Технический редактор *Л. А. Кузнецова*
 Корректор *Н. Д. Чехотина*

Сдано в наб. 23.07.87 Подп. в печ. 25.10.89 1,0 усл. печ. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,86 уч.-изд. л.
 Тираж 2000 Цена 5 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
 Новопресненский пер., 3.
 Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1990

Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л2к

Изменение № 3 ГОСТ 313—77 Анилин технический. Технические условия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)

Дата введения 1995—07—01

Вводная часть. Первый абзац после слова «полиизоцианатов» изложить в новой редакции: «химикатов-добавок, лекарственных средств, изготавляемый для нужд народного хозяйства и для экспорта. В производстве полиамина применяют анилин высшего сорта»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 93.12».

Пункт 1.2. Таблицу изложить в новой редакции:

Назначение показателя	Норма	
	Высший сорт ОКП 24 7141 0120	Первый сорт ОКП 24 7141 0130
1. Внешний вид	Маслянистая прозрачная жидкость от бесцветного до светло-желтого цвета	Маслянистая прозрачная жидкость от светло-желтого до светло-коричневого цвета
2. Температура кристаллизации высшенного продукта, °С, не ниже	Минус 6,2	Минус 6,6
3. Массовая доля анилина в высшенном продукте, %, не менее	99,8	99,6
4. Массовая доля нитробензола в высшенном продукте, %, не более	0,0006	0,005
5. Массовая доля воды, %, не более	0,1	0,3

примечания 1, 2 после слов: «для технического анилина» дополнить словами: «высшего сорта» (2 раза);

примечание 2. Заменить слова: «показатель 3» на «показатель 2».

Пункт 1.3. Заменить ссылку: ГОСТ 19503—74 на ГОСТ 19503—93.

Пункт 2.1. Заменить ссылку: ГОСТ 6732—76 на ГОСТ 6732.1—89.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Периодичность испытаний анилина по показателю «массовая доля нитробензола в высшенном продукте» — не реже одного раза в квартал».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими

(Продолжение см. с. 32)

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 318—77)

характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 6732—76 на ГОСТ 6732.1—89 и ГОСТ 6732.2—89.

Пункт 3.2. Наименование изложить в новой редакции: «3.2. Подготовка пробы к анализу для определения в высшенном продукте температуры кристаллизации, массовой доли анилина и массовой доли нитробензола».

Пункт 3.2.1. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «Кальций сульфат 2-водный, предварительно прокаленный при температуре 160—170 °С.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью $\pm 1,5000$ мг».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить слово: «определяют» на «измеряют»; второй абзац изложить в новой редакции: «Допускается для проведения измерений применять термометр ТЛ-4 № 1».

Пункт 3.5. После слова «дифениламин» дополнить словами: «и др.».

Пункт 3.5.1.1. Третий абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью $\pm 0,7500$ мг»;

шестой абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 5072—79» на «любой марки»; двенадцатый, тринадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Эталон внутренний» — 2-нитроанизол технический свежеперегнанный.

Хлороформ по ГОСТ 20016—88, 1-й сорт»; семнадцатый — двадцатый абзацы изложить в новой редакции: «*o*-толуидин, ч. или *m*-толуидин, ч. или *n*-толуидин, ч.

Дифенил технический по ГОСТ 4254—76.

Дифениламины.

Нитробензол для ячеек Керра;

двадцать пятый абзац изложить в новой редакции: «Пипетка градуированная 2-го класса точности вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,05 см³»; дополнить абзацем: «Термометр ТЛ-4 № 2, 3».

Пункт 3.5.1.2. Первый абзац. Заменить слова: «в испарительную» на «в выпарительную»;

третий абзац. Заменить слово: «испарительной» на «выпарительной»;

пятый абзац «Условия работы хроматографа». Заменить слова: «Скорость потока» на «Объемный расход» (2 раза);

предпоследний абзац дополнить словами: «расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1. Результаты вычисления К округляют до первого десятичного знака».

Пункт 3.5.1.3. Первый абзац. Исключить слово: «микрошицием».

Пункт 3.5.1.4. Первая формула. Экспликация. Последний абзац. Исключить слово: «технического»;

дополнить абзацем (после экспликации):

«Градуировочный коэффициент других примесей, не указанных на хроматограмме (черт. 1), принимают за единицу».

Пункт 3.6. Наименование. После слова «анилине» дополнить словами: «высшего сорта».

Пункт 3.6.1. Первый абзац дополнить словами: «или нитробензол технический, свежеперегнанный при температуре 210—211 °С, хроматографическую чистоту которого проверяют при условиях работы хроматографа по п. 3.5.1.2 настоящего стандарта»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Пирогаллол (1, 2, 3-триокси-
(Продолжение см. с. 33)

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 313—77)

бензол), раствор с массовой долей 5 % в растворе гидроокиси натрия»; девятый абзац. Исключить слова: «или полярограф с аналогичными метрологическими характеристиками»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью $\pm 0,7500$ мг и весы с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью $\pm 1,5000$ мг»;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Пипетка неградуированная 2-го класса точности вместимостью 10 см³»;

дополнить абзацами: «Пипетка градуированная 2-го класса точности вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,05 см³.

Пипетка для отбора и взвешивания проб по ГОСТ 6859—72».

Пункт 3.6.2. Третий абзац. Заменить слова: «по 25,0000 г анилина» на «по 25,00 г анилина»; «(относительно ртутного дна или насыщенного каломельного электрода)» на «(относительно ртутного дна, или насыщенного каломельного электрода, или хлорсеребряного электрода)»;

дополнить абзацем: «Зависимость высоты волн от массовой концентрации нитробензола допускается определять методом наименьших квадратов».

Пункт 3.6.3. Заменить слова: «Около 25,00 г» на «Около 25,0000 г».

Пункт 3.6.4. Формула. Экспликация. Второй абзац. Исключить слово: «технического».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.6а, 3.6а.1—3.6а.4:

«3.6а. Определение массовой доли нитробензола в техническом анилине 1-го сорта, приготовленного по п. 3.2 (полярографический метод)

3.6а.1. Подготовка к анализу

При проведении анализа применяют реактивы, растворы, приборы и посуду по п. 3.6.1 настоящего стандарта, а также

Желатин пищевой по ГОСТ 11299—89, раствор с массовой долей 0,5 %.

3.6а.2. Построение градуировочного графика

0,1000 г нитробензола растворяют в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 50 см³. Объем раствора доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают (раствор 3).

1 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают (раствор 4).

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят по 5 см³ раствора соляной кислоты, прибавляют пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см³ раствора 4 и доводят объем раствора в каждой колбе до метки этиловым спиртом. Получают растворы массовой концентрации нитробензола 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 мг/дм³ соответственно.

Каждый из этих растворов последовательно наливают в электролизер, предварительно промытый дистиллированной водой и анализируемым раствором, добавляют 3 капли раствора желатина и в течение 20 мин пропускают через раствор аргон, или азот, или водород.

После этого снимают полярограммы каждого раствора в интервале от 0 до —1,0 В и определяют высоты волн при $E_{1/2}$ от —0,35 до —0,40 В (относительно ртутного дна, или насыщенного каломельного, или хлорсеребряного электрода).

По полученным данным строят градуировочный график, наносят на ось абсцисс массовую концентрацию нитробензола в миллиграммах на кубический дециметр, а на ось ординат — соответствующие высоты волн в миллиметрах, приведенные к одной чувствительности. Полученная прямая должна проходить через начало координат.

(Продолжение см. с. 34)

3.6а.3. Проведение анализа

1,0000 г анализируемого анилина помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 5 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 (п. 3.6а.1).

По графику находят соответствующую массовую концентрацию нитробензола (с) в миллиграммах на кубический дециметр, предварительно приведя значения высот волн к чувствительности, при которой построен график.

3.6а.4. Обработка результатов

Массовую долю нитробензола (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{c \cdot 50 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

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

m — масса навески анализируемого анилина, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,001\%$ при доверительной вероятности 0,95».

Пункт 3.7.1. Второй абзац дополнить словами: «или анализатор жидкости титрометрический лабораторный А ТЛ-2»;

третий абзац. Исключить слова: «обладающего той же чувствительностью»; пятый, шестой абзацы изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью $\pm 0,7500$ мг.

Пипетки вместимостью 10 и 20 см³;

восьмой, девятый абзацы изложить в новой редакции: «Бюretka вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, первый сорт»;

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции: «Реактив Фишера готовят из компонентов готового комплекта смешиванием растворов 1 и 2 в объемном соотношении 1:2,17, получая реактив Фишера с титром около 0,004 г/см³. Реактив Фишера с титром около 0,002 г/см³ готовят смешиванием полученного раствора с хлороформом в соотношении 1:1»;

дополнить абзацем: «Секундомер любого типа».

Пункт 3.7.2. Заменить слова: «В ячейку вводят из пипетки еще одну каплю воды и проводят титрование, при этом расход реактива Фишера регистрируется» на «В ячейку вводят из пипетки еще одну каплю воды, определяя ее массу по разности результатов взвешиваний пипетки, и проводят титрование, при этом расход реактива Фишера регистрируется».

Пункт 3.7.3. Второй абзац. Заменить слова: «По разности взвешиваний пипетки определяют навеску анилина» на «Массу навески анилина определяют по разности результатов взвешиваний пипетки».

Пункт 3.7.4. Первую формулу изложить в новой редакции:

$$X_3 = \frac{V \cdot M \cdot 100}{m};$$

экспликация. Заменить слова: « T — титр реактива Фишера, г Н₂O/см³» на « M — масса воды, соответствующая 1 см³ реактива Фишера, г»;

второй абзац до экспликации изложить в новой редакции: «Массу воды,

(Продолжение см. с. 85)

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 313—77)

соответствующую $\frac{m}{V}$ см³ реактива Фишера (M) в граммах, вычисляют по формуле $M = \frac{m}{V} \times$;

предпоследний абзац дополнить словами: «Результат измерений округляют до одного десятичного знака».

Пункты 4.1—4.3 изложить в новой редакции: «4.1. Упаковка — по ГОСТ 6732.3—89 в стальные бочки по ГОСТ 6247—79, в специализированные контейнеры-цистерны по ГОСТ 26380—84 типа СКЦ-4 без нижнего слива и автоцистерны, принадлежащие грузополучателю.

Степень заполнения тары не должна превышать 95 %.

Упаковка, транспортная маркировка, требования к пакетированию и видам транспорта при отправке технического анилина на экспорт производятся в соответствии с договором между предприятием и внешнеторговой фирмой и настоящим стандартом.

4.2. Маркировка — по ГОСТ 6732.4—89 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, чертеж ба, классификационный шифр 61(12), серийный номер ООН-1547).

На железнодорожные цистерны наносят специальные трафареты: «Анилин», «Х», трафареты приписки и знаки опасности по ГОСТ 19433—88.

4.3. Транспортирование — по ГОСТ 6732.5—89.

Технический анилин, упакованный в бочки и контейнеры-цистерны, транспортируют транспортом любого вида в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

Продукт, упакованный в контейнеры-цистерны, транспортируют при наличии у грузоотправителя (грузополучателя) специализированных грузозахватных устройств и при их транспортировании по железной дороге с проведением погрузки (выгрузки) на подъездных путях предприятий.

При укрупнении грузовых мест в транспортные пакеты схему пакетирования согласовывают в установленном порядке.

По железной дороге технический анилин транспортируют повагонными отправками или в универсальных контейнерах (по ГОСТ 18477—79) и контейне-

(Продолжение см. с. 36)

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 313—77)

рах-цистернах на открытом подвижном составе, или бочками в крытых вагонах в пакетированном виде (по ГОСТ 26663—85) в соответствии с техническими условиями погрузки и крепления грузов МПС, а также наливом в собственных цистернах грузоотправителя (грузополучателя) или арендованных с верхним сливом в соответствии с «Правилами перевозки грузов» (часть 2, раздел 4), сборник № 870, 1990 г.).

Степень заполнения цистерн не должна превышать 95 %.

Пункты 6.1, 6.2 изложить в новой редакции: «6.1. Анилин технический — горючая жидкость.

Температура вспышки, °С	73
Температура воспламенения, °С	76
Температура самовоспламенения, °С	617
Концентрационные пределы распространения пламени (объемная доля), %	1,3—7,5
Температурные пределы распространения пламени, °С:	
нижний	70
верхний	106

Минимальное содержание кислорода для диффузионного горения (объемная доля), %

13,8.

6.2. При загорании тушить водой с интенсивностью подачи 0,05 л м³/с, воздушно-механической пеной ПО-1 с интенсивностью подачи 0,046 л м³/с.

Пункт 6.3. Первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 12.1.007—76 на ГОСТ 12.1.005—88;

последний абзац. Заменить слова: «1 %-ным раствором соляной кислоты» на «раствором соляной кислоты с массовой долей 1 %».

Пункт 6.4 изложить в новой редакции: «6.4. При отборе проб, испытания и применении продукта следует применять индивидуальные средства защиты от попадания на кожные покровы, слизистые оболочки глаз, в органы дыхания и пищеварения в соответствии с ГОСТ 12.4.011—89 и ГОСТ 12.4.103—83. Соблюдать меры личной гигиены. Продукт с кожи и слизистых удалять водой».

(ИУС № 3 1995 г.)
