ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

2,4-ДИНИТРОАНИЛИН ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 12298—77

Издание официальное

БЗ 9—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 668.741.32:006.354 Группа Л21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

2,4-ДИНИТРОАНИЛИН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

ГОСТ 12298—77

2,4-dinitranilin for industrial use.
Specifications

ОКП 24 7181 0000

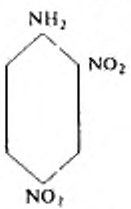
Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на технический 2,4-динитроанилин, применяемый в производстве красителей, пигментов и мягчителя-2.

Формулы:

Эмпирическая $C_6H_5O_4N_3$

Структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 183,13

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Технический 2,4-динитроанилин должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с изменениями

1.2. По физико-химическим показателям технический 2,4-динитроанилин должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма
1 Внешний вид	Порошок желтого цвета
2 Температура начала плавления высушенного продукта, °С, не ниже	179
3 Массовая доля воды, %	10–20
4. Массовая доля 2,6-динитроанилина, %, не более	0,4
5. Массовая доля 2,4-динитрохлорбензола, %, не более	0,2
6 Массовая доля золы, в пересчете на сухой продукт, %, не более	0,25
7 Наличие запаха аммиака	Отсутствует

Примечания

1 Показатели по п.п. 4–7 определяют только при поставке для производства мягчителя-2

2. **(Исключено, Изм. № 3).**

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

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Технический 2,4-динитроанилин — горючее вещество. Температура воспламенения — плюс 20 °С. Температура самовоспламенения — плюс 300 °С.

Взвешенная в воздухе пыль (аэрозоль) взрывоопасна. Нижний предел взрываемости — 10,4 г/м^3. Температура воспламенения пылевоздушной смеси (аэрозоль) — плюс 690 °С.

2а.2. Меры предупреждения загорания: герметизация аппаратуры для устранения проникновения пыли и паров продукта в рабочие помещения. Систематическое удаление пыли с перекрытий, оборудования и коммуникаций. При загорании тушить тонкораспыленной водой, химической и воздушно-механической пенами.

2а.3. Технический 2,4-динитроанилин — вещество высоко опасное, 2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005.

Действует на нервную систему, кровь, печень и почки. Метгемоглобинообразователь. Кумулятивные свойства выражены умеренно. Кожу и слизистые оболочки глаз раздражает слабо. Может поступать в организм через кожу. Помещение, где проводится работа с продук-

том, должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией. В местах возможного пыления должны быть оборудованы вентиляционные отсосы.

Технологический процесс должен быть механизирован, а оборудование герметизировано.

2а.4. При отборе проб, анализе, изготовлении и применении технического 2,4-динитроанилина необходимо принимать меры, предупреждающие его пыление. Следует применять индивидуальные средства защиты по ГОСТ 12.4.103 и ГОСТ 12.4.011, предохраняющие от попадания продукта на кожные покровы, слизистые оболочки, от проникновения его пыли в органы дыхания и пищеварения, а также соблюдать меры личной гигиены.

Продукт, попавший на кожу и слизистые, удаляют водой. При загазованности помещений парами технического 2,4-динитроанилина следует пользоваться противогазами марок СИЗОД-ФГП-130-А, СИЗОД-ФГП-130 БКФ в соответствии с ГОСТ 12.4.121.

2а.3, 2а.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

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

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1 Правила приемки — по ГОСТ 6732.1.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 6732.2.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Масса средней лабораторной пробы должна быть 400 г.

3.3. Внешний вид продукта оценивают визуально.

3.4. Температуру начала плавления определяют по ГОСТ 18995.4, при этом технический 2,4-динитроанилин высушивают до постоянной массы при 80—100 °С. Применяют термометры ТЛ-4 № 5 или укороченные термометры с ценой деления 0,1—0,2 °С.

При применении прибора с жидким теплоносителем уровень столбика ртути термометра, соответствующий наблюдаемой температуре, должен находиться ниже уровня теплоносителя в пробирке.

При применении прибора ПТП капилляр должен плотную прилегать к ртутному шарику термометра.

Обогрев регулируют так, чтобы температура до 150 °С поднималась в течение 25—30 мин, в интервале 150—160 °С со скоростью 1 °С в

минуту, в интервале 160—170 °С со скоростью 1 °С в минуту, а затем до конца со скоростью 0,5 °С в минуту.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,2 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.5. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870, разд. 3. Масса навески — 5 г, температура высушивания — плюс 100—105 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6. Определение массовой доли 2,6-динитроанилина и 2,4-динитрохлорбензола

3.6.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ±0,7500 мг

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

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.6.1. *Реактивы, растворы, приборы*

Бензол по ГОСТ 5955, ч.д.а.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

2,4-Динитрохлорбензол, дважды перекристаллизованный из этилового спирта, с температурой кристаллизации не ниже 50,1 °С.

2,6-Динитроанилин с температурой плавления 135,5—136,5 °С.

Циклогексан по ГОСТ 14198, ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, сорт высший.

п - Диметиламинобензальдегид, ч.

Олово двухлористое 2-водное, ч.; спиртовой раствор с массовой долей 15 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Хроматографическая камера любого типа.

Микрошприц МШ-10.

Пластинки для тонкослойной хроматографии «Silufol» (150×× 150 мм).

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Колба КН-2—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба КН-2—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1, 2, 3, 4—250 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 5 $см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.6.2. *Приготовление стандартных растворов*

0,05 г 2,4-динитрохлорбензола и 0,10 г 2,6-динитроанилина, взвешенных с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и растворяют в ацетоне. Объем раствора в колбе доводят ацетоном до метки и перемешивают, получают раствор «А», устойчивый в течение пяти суток.

В три мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вносят пипеткой 1, 2, 3 $см^3$ раствора «А», доводят объем раствора в колбах до метки ацетоном и перемешивают. Массовая доля 2,4- динитрохлорбензола в них соответствует 0,1; 0,2, 0,3, а 2,6 - динитроанилина — 0,2; 0,4; 0,6 % массы навески технического продукта. Стандартные растворы устойчивы в течение суток.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6.3. *Приготовление подвижной фазы*

В хроматографической камере, закрытой крышкой, смешивают бензол и циклогексан в соотношении 1:1. Подвижную фазу готовят каждый день.

3.6.4. *Приготовление реактива обнаружения*

Реактив обнаружения готовят, смешивая реактив 1 и реактив 2 в соотношении 1:1, приготовленных по п.п. 3.6.4.1 и 3.6.4.2 (устойчив в течение суток).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6.4.1. *Приготовление реактива 1*

(1,00±0,10) г *п*-диметиламинобензальдегида растворяют в смеси, состоящей из 95 $см^3$ этилового спирта и 5 $см^3$ соляной кислоты (устойчив длительное время).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.6.4.2. *Приготовление реактива 2*

3 $см^3$ спиртового раствора с массовой долей 15 % двухлористого олова растворяют в смеси, состоящей из 16 $см^3$ соляной кислоты и 180 $см^3$ воды (устойчив в течение суток).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6.5. *Подготовка пробы*

1,0000 г тщательно растертого и высушенного технического 2,4-динитроанилина помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и растворяют в ацетоне. Объем раствора в колбе доводят до метки ацетоном и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.6.6. *Проведение анализа*

На пластинке «Silufol» на расстоянии 10 мм от нижнего края проводят графитовым карандашом линию старта (или намечают точки для нанесения проб). С помощью микрошприца наносят по 5 мкл стандартных и испытуемого растворов, порционно, по 1 мкл. Каждую последующую порцию наносят после полного высыхания предыдущей. Центры капель всех порций раствора должны совпадать. Пятна высушивают на воздухе в течение 2—3 мин. Затем пластинку помещают в хроматографическую камеру так, чтобы нижний край пластинки погрузился на глубину 0,5 см в растворитель.

После того, как расстояние от фронта подвижной фазы до верхнего края пластинки составит 10—15 мм, хроматограмму вынимают, сушат на воздухе в течение 10 мин и обрызгивают из пульверизатора реактивом обнаружения. Пластинку сушат на воздухе не менее 1 ч и затем проводят определение массовой доли 2,4-динитрохлорбензола и 2,6 динитроанилина в анализируемом 2,4-динитроанилине, сравнивая интенсивность их пятен с интенсивностью пятен стандартных растворов (Rf 2,4-динитрохлорбензола=0,41; Rf 2,6-динитроанилина=0,22). Окраска пятен 2,6-динитроанилина и 2,4-дихлорбензола в пробе не должна быть интенсивнее окраски пятен второго стандартного раствора шкалы

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7. Определение массовой доли золы в пересчете на сухой продукт

3.7.1. *Аппаратура и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ±0,7500 мг.

Печь муфельная.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147

Колба 1--250 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—250 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1—150 по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные «синяя лента», диаметр 12,5 см, с известной массой золы одного фильтра.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а

3.7.2. *Проведение анализа*

(10,00±0,50) г 2,4-динитроанилина взвешивают в 130 $см^3$ ацетона и фильтруют через обеззоленный фильтр. Стакан, в котором был растворен 2,4-динитроанилин, промывают еще 50 $см^3$ ацетона и фильтруют через тот же фильтр.

Высушенный на воздухе фильтр помещают в предварительно прокаленный и взвешенный с точностью до четвертого десятичного знака тигель, который помещают в муфель для прокаливания.

Температуру в муфеле поднимают до 200 °С и выдерживают тигель при этой температуре 1,0—1,5 ч.

Затем температуру доводят до 800 °С и после двухчасового прокаливания тигель извлекают из муфеля, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

3.7.1, 3.7.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю золы в пересчете на сухой продукт (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{|m_2 - (m_1 + m_3)| \cdot 100}{m \cdot (100 - W)} \cdot 100,$$

где m — масса навески анализируемого продукта, г;

m_1 — масса прокаленного тигля, г;

m_2 — масса прокаленного тигля с золой, г;

m_3 — масса золы фильтра по паспортным данным, г;

W — массовая доля воды в процентах, определенная по п. 3.5.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,03 %.

3.8. Наличие запаха аммиака определяют органолептически.

3.6 3.8. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Упаковка — по ГОСТ 6732.3.

Технический 2,4-динитроанилин упаковывают в фанерные барабаны типа 1 или 2 по ГОСТ 9338 или деревянные бочки по ГОСТ 8777 вместимостью не более 150 дм^3. В качестве вкладышей применяют пленочные мешки-вкладыши по нормативной документации, утвержденной в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.2. Маркировка — по ГОСТ 6732.4 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от нагрева» и знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1, классификационный шифр 6162). Серийный номер ООН — 1596

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3. Транспортирование — по ГОСТ 6732.5.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.4. Технический 2,4-динитроанилин хранят в упаковке изготовителя в закрытых складских помещениях, предохраняя продукт от воздействия солнечных лучей.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1 Изготовитель гарантирует соответствие технического 2,4-динитроанилина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

5.2 Гарантийный срок хранения — 6 мес со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической промышленности

   РАЗРАБОТЧИКИ

   М.А. Чекалин, В.Е. Шанина, М.А. Черкасский, Н.И. Нехорошева, А.Г. Емельянов

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.02.77 № 355

3. **Срок проверки — 1998 г.**

   Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 12298—66**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2а.3
ГОСТ 12.4.011—89	2а.4
ГОСТ 12.4.103—83	2а.4
ГОСТ 12.4.121—83	2а.4
ГОСТ 1770—74	3.6.1; 3.7.1
ГОСТ 2603—79	3.6.1; 3.7.1
ГОСТ 3118—77	3.6.1
ГОСТ 5955—75	3.6.1
ГОСТ 6709—72	3.6.1
ГОСТ 6732.1—89	2.1
ГОСТ 6732.2—89	3.1
ГОСТ 6732.3—89	4.1
ГОСТ 6732.4—89	4.2
ГОСТ 6732.5—89	4.3
ГОСТ 8777—80	4.1
ГОСТ 9147—80	3.7.1
ГОСТ 9338—80	4.1
ГОСТ 14198—78	3.6.1
ГОСТ 14870—77	3.5
ГОСТ 18300—87	3.6.1
ГОСТ 18995.4—73	3.4
ГОСТ 19433—88	4.2
ГОСТ 25336—82	3.6.1, 3.7.1
ГОСТ 27025—86	3.6.1а

6. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 06.04.92 № 364**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1982 г., феврале 1987 г., марте 1992 г. (ИУС 11—82, 5—87, 7—92)**

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

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.03.97. Подписано в печать 10.04.97
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,60. Тираж 138 экз. С. 422. Зак. 298

gost.e-ecolog.ru

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6