МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

4-НИТРОТОЛУОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.7 : 547.546 : 006.354 Группа Л21

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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	Чешуированный 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 высушенного продукта, °С, не ниже	51,2

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1973
© ИПК Издательство стандартов, 2002

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/м^3.

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/м^3.

(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 реактивов 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 ± 0,7500 мг.

Микрошприц МШ-10.

Пипетка вместимостью 5 см^3.

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 помещают 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

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

где m_i —масса навески определяемой примеси, г;

$S_{эт}$ —площадь пика «внутреннего эталона», мм^2;

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

S_i —площадь пика определяемой примеси, мм^2.

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 см^3 раствора «внутренних эталонов» в ацетоне.

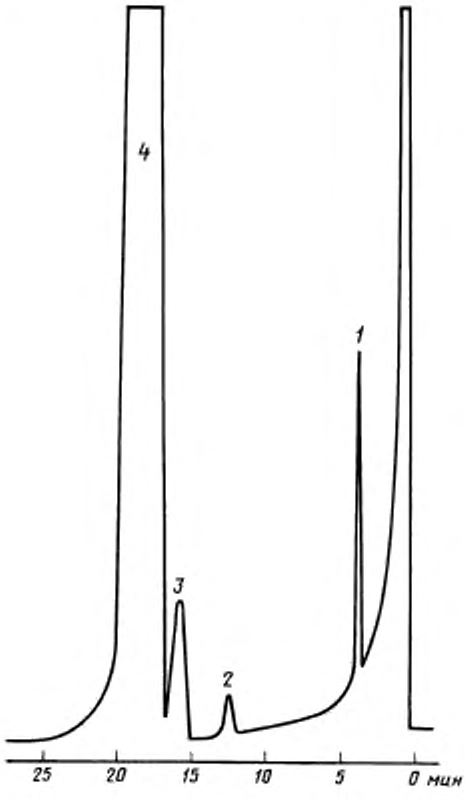
---

* 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.

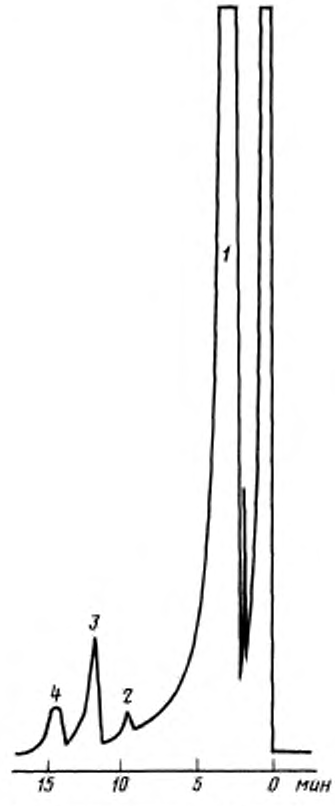
Подготовленную пробу вводят микрошприцем в испаритель хроматографа в таком объеме, чтобы высота пика «внутреннего эталона» была не менее 10 см.

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-динитротолуол; *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

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

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

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

$m_{эт}$ — 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

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

где ΣX_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 ±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. Высушенный 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 чешуированного 4-нитротолуола в бумажные битумированные пяти-шестислойные мешки по ГОСТ 2226 с вложенным в них полиэтиленовым мешком-вкладышем. При этом полиэтиленовый мешок-вкладыш и два-три внутренних слоя бумажного мешка послойно заворачивают конвертом и закатывают, остальные три слоя бумажного мешка прошивают 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. 6а, 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.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 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, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru