МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

2-АМИНОАНИЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 5—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.7:547.562.4'261'44:006.354 Группа Л21

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

2-АМИНОАНИЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical 2-aminoanisol.
Specifications

ГОСТ 10261—81*

Взамен ГОСТ 10261—76

ОКП 24 7244 0130

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 2 июня 1981 г. № 2793 дата введения установлена

01.07.82

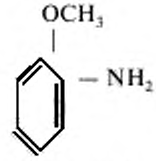
Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт распространяется на технический 2-аминоанизол, предназначенный для анилинокрасочной, химико-фармацевтической и пищевой промышленности.

Формулы:

эмпирическая C_7H_9ON,

структурная



Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 123,16.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям 2-аминоанизол должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма
1. Температура кристаллизации высушенного продукта, °С, не ниже	6,6
2. Массовая доля диазотирующихся соединений в пересчете на аминоанизол, %, не менее	99,4
3. Массовая доля анилина и 2-хлоранилина, %, не более	0,45
4. Массовая доля 3-хлоранилина и 4-хлоранилина, %, не более	0,15
5. Массовая доля 4-аминоанизола, %, не более	0,35

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (декабрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1986 г., апреле 1992 г. (ИУС 10—86, 8—92).*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. 2-Аминоанизол — горючая жидкость.

Температура вспышки в открытом тигле 100 °С.

Температура воспламенения 110 °С.

Температура самовоспламенения 389 °С.

Температурные пределы воспламенения: нижний 97 °С, верхний 150 °С.

Средства пожаротушения: тонкораспыленная вода, пена.

Меры предупреждения загорания: герметизация емкостей для хранения продукта и удаление их от источников тепла и огня.

2.2. По степени воздействия на организм человека 2-аминоанизол относится к высокоопасным веществам (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005—88). Действует на кровь, нервную и сердечно-сосудистую системы. Способен проникать в организм человека через кожные покровы, слизистые оболочки и дыхательные пути.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны — 1 мг/м^3.

Содержание 2-аминоанизола в воздухе рабочей зоны определяют полярографическим методом.

2.3. При отборе проб, анализе и применении 2-аминоанизола следует применять средства индивидуальной защиты от попадания продуктов на кожные покровы, слизистые оболочки и проникновения его паров в органы дыхания.

Для обеспечения безопасности помещение, где проводятся работы с продуктом, должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией, а в местах возможного выделения паров должны быть оборудованы местные вентиляционные отсосы. Оборудование должно быть герметизировано. Технологический процесс необходимо автоматизировать. Необходимо ежесменно проводить влажную уборку помещения.

Продукт с кожных покровов и слизистых оболочек удаляют водой.

В производстве технического 2-аминоанизола твердые отходы и газовые выбросы отсутствуют. Сточные воды направляют на биохимическую очистку.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 6732.1—89.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Массовую долю анилина и 2-хлоранилина, 3-хлоранилина и 4-хлоранилина, 4-аминоанизола изготовитель определяет периодически в каждой пятнадцатой партии продукта.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 6732.2—89. Если продукт закристаллизовался, его перед отбором проб разогревают при 60—70 °С. Масса средней лабораторной пробы должна быть не менее 1 кг.

Перед каждым анализом среднюю пробу тщательно перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

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. № 2).

4.2. Определение температуры кристаллизации высушенного продукта

Температуру кристаллизации определяют по ГОСТ 18995.5—73 (разд. 1) в приборе Жукова. Перед определением около 30 см^3 анализируемого продукта сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу при 60—70 °С, периодически перемешивая стеклянной палочкой.

Высушенный продукт осторожно заливают в прибор Жукова, закрывают его пробкой со вставленным в нее термометром и помещают в охлаждающую баню. Для охлаждающей бани применяют смесь из толченого льда и соли (10:3).

При 3 °С вносят «затравку», которую готовят следующим образом: в стакан или пробирку вместимостью 25 см^3 вносят 3—5 г 2-аминоанизола и помещают в охлаждающую баню. После

охлаждения до минус 3 °С в жидкий 2-аминоанизол вносят кристаллик 4-аминоанизола и перемешивают стеклянной палочкой до кристаллизации всей массы. «Затравку» хранят в охлаждающей бане.

4.3. Определение массовой доли диазотирующихся соединений в пересчете на аминоанизол

4.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

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

Бумага йодкрахмальная; готовят по ГОСТ 4517—87.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336—82.

Стакан В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 1—25—2, 1—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Бюретка с ценой деления 0,10 $см^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, х. ч., раствор молярной концентрации c ($NaNO_2$)= = 0,5 моль/$дм^3$ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 16923—83.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

4.3.2. *Проведение анализа*

Около 2,0000—2,5000 г анализируемого продукта растворяют в 15 $см^3$ соляной кислоты и 400 $см^3$ воды в стакане. К раствору прибавляют 5,00 г бромистого калия и титруют при 15—20 °С раствором азотистокислого натрия.

В конце титрования раствор азотистокислого натрия добавляют медленно, по каплям. Конец титрования определяют по йодкрахмальной бумаге, нанося на нее каплю раствора. При появлении на ней слабо-фиолетового пятна прибавление раствора азотистокислого натрия прекращают. Дают выдержку 3 мин. Если при нанесении капли раствора на йодкрахмальную бумагу по истечении выдержки на ней появится пятно, то титрование считают законченным. В противном случае прибавляют еще 2—3 капли раствора азотистокислого натрия и через 3 мин снова повторяют пробу по йодкрахмальной бумаге.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю диазотирующихся соединений в пересчете на аминоанизол (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}06158 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора азотистокислого натрия концентрации точно 0,5 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,06158 — масса аминоанизола, соответствующая 1 $см^3$ раствора азотистокислого натрия концентрации точно 0,5 моль/$дм^3$, г;

m — масса навески анализируемого продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,4 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4. Определение массовой доли анилина и 2-хлоранилина, 3-хлоранилина и 4-хлоранилина, 4-аминоанизола

Определение массовой доли анилина и 2-хлоранилина, 3-хлоранилина и 4-хлоранилина, 4-аминоанизола проводят методом газожидкостной хроматографии с применением «внутреннего эталона». В качестве «внутреннего эталона» применяют нитробензол.

4.4.1. *Аппаратура и реактивы*

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка газохроматографическая из нержавеющей стали или стеклянная длиной 2 м и внутренним диаметром 2—3 мм.

Хроматон N-AW-DMCS или хроматон N-AW-HMDS с частицами размером 0,20—0,25 мм (твердый носитель).

Эфир полифениловый 5Ф4Э для хроматографии (неподвижная фаза).

Микрошприц МШ-10.

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

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336—82.

Термометр лабораторный любого типа с ценой деления не более 0,5 °С и диапазоном измерения от 0 до 105 °С.

Чашка выпарительная 3 по ГОСТ 9147—80.

Водород технический по ГОСТ 3022—80.

Азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74.

Воздух для питания приборов.

Нитробензол перегнанный («Внутренний эталон»).

Ангидрид трифторуксусный, ч.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, очищенный, высшего сорта.

Анилин по ГОСТ 5819—78.

2-Хлоранилин, ч.

3-Хлоранилин, ч.

4-Аминоанизол, ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4.2. *Подготовка к анализу*

4.4.2.1. *Приготовление насадки*

К 9 г хроматона, помещенного в фарфоровую чашку и смоченного хлороформом, приливают раствор, содержащий 1 г полифенилового эфира в 30—40 см^3 хлороформа. Затем хлороформ полностью испаряют при постоянном осторожном перемешивании, поместив чашку на песчаную баню, предварительно нагретую до 75—80 °С.

Все работы, связанные с применением хлороформа, проводят в вытяжном шкафу.

4.4.2.2. *Условия проведения анализа*

Чистую сухую газохроматографическую колонку заполняют готовой насадкой при осторожном постукивании по ней. Заполненную колонку помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают током газа-носителя (азота) при 200 °С в течение 8 ч.

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

Хроматограмму снимают при рабочих условиях, указанных ниже:

температура термостата колонки, °С	170—180
температура испарителя, °С	250—300
скорость потока газа-носителя (азота), см^3/мин	20—30
скорость потока водорода, см^3/мин	20—30
скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	200

Соотношение скорости водорода и воздуха указано в инструкции к прибору.

4.4.2.3. *Градуировка прибора*

Для четкого разграничения на хроматограмме пиков 2-аминоанизол и другие амины, содержащиеся в продукте, предварительно переводят трифторуксусным ангидридом в соответствующие трифторацетамиды:

анилин в трифторацетанилид;

2-хлоранилин в 2-хлортрифторацетанилид;

3-хлоранилин в 3-хлортрифторацетанилид;

4-хлоранилин в 4-хлортрифторацетанилид;

2-аминоанизол в 2-метокситрифторацетанилид;

4-аминоанизол в 4-метокситрифторацетанилид.

Градуировочный коэффициент для каждой определяемой примеси определяют, анализируя 5—10 искусственных бинарных смесей, состоящих из нитробензола и определяемой примеси. В случае примесей анилин+2-хлоранилин и 3-хлоранилин+4-хлоранилин определяют по любой из двух примесей. Искусственные смеси готовят следующим образом: одинаковые количества (в пределах 1,0000 г) определяемой примеси и нитробензола взвешивают в стаканчике, приливают 3 см^3 хлороформа и перемешивают.

0,1 см^3 полученного раствора обрабатывают в отдельном стаканчике 0,3 см^3 трифторуксусного

ангидрида, как указано в п. 4.4.3. Анализ искусственной смеси проводят при условиях, указанных в п. 4.4.2.2.

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

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

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

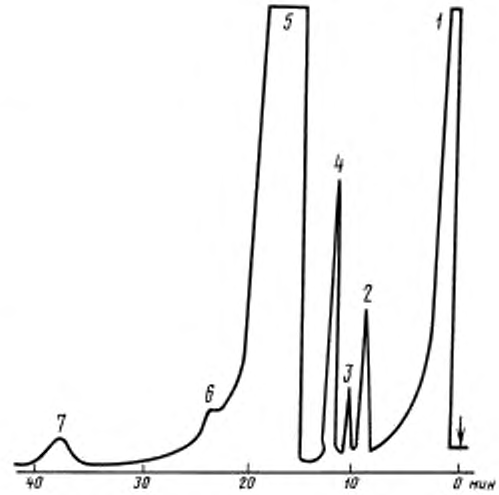
m_i — масса определяемого компонента в искусственной бинарной смеси, г;

S_i — площадь пика определяемого компонента, мм^2;

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

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

Высоту пика измеряют металлической измерительной линейкой, а ширину — измерительной лупой.



1 — хлороформ; *2* — трифторацетанилид + 2-хлортрифторацетанилид; *3* — неидентифицированная примесь; *4* — нитробензол; *5* — 2-метокситрифторацетанилид; *6* — 3-хлортрифторацетанилид + 4-хлортрифторацетанилид, *7* — 4-метокситрифторацетанилид

4.4.3. *Проведение анализа*

2,0000—3,0000 г анализируемого продукта взвешивают в стаканчике, добавляют микрошприцем 0,0100—0,0150 г нитробензола и снова взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Раствор перемешивают и 0,1 см^3 этого раствора помещают в чистый стаканчик, приливают 0,5 см^3 хлороформа и осторожно, по одной капле, приливают 0,3 см^3 трифторуксусного ангидрида. Стаканчик закрывают крышкой и несколько раз энергично встряхивают. Затем крышку открывают и стаканчик оставляют открытым до исчезновения запаха трифторуксусного ангидрида.

1—2 мм^3 приготовленной пробы вводят в испаритель хроматографа. Порядок выхода компонентов указан на хроматограмме (см. чертеж).

4.4.2.3, 4.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.4.4. *Обработка результатов*

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

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

где S_i — площадь пика определяемой примеси, мм^2;

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

K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

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

m — масса навески анализируемого продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,02 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,03 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка — по ГОСТ 6732.3—89.

Технический 2-аминоанизол упаковывают в стальные сварные бочки типа I по ГОСТ 6247—79 вместимостью 100 или 200 дм^3 или транспортируют в стальных вагонах-цистернах предприятия-изготовителя, снабженных оборудованием для подогрева продукта.

5.2. Маркировка — по ГОСТ 6732.4—89 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6б, классификационный шифр 6163) и серийного номера ООН 2431.

На цистерны наносят надписи: «2-Аминоанизол», «Яд» и «Огнеопасно».

5.3. Транспортирование — по ГОСТ 6732.5—89.

Технический 2-аминоанизол, упакованный в стальные бочки, транспортируют транспортом любого вида, кроме воздушного, в крытых транспортных средствах.

5.1—5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5.4. Технический 2-аминоанизол хранят в упаковке изготовителя или в закрытых стальных емкостях в закрытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

6.2. Гарантийный срок хранения — 6 мес со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 18.01.99. Подписано в печать 01.02.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 102 экз. С1824. Зак. 67.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru