

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

4-ХЛОРНИТРОБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 9728—79

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.7 : 547.548 : 006.354 Группа Л21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

4-ХЛОРНИТРОБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical 4-chloronitrobenzene.
Specifications

ГОСТ 9728—79*

Взамен ГОСТ 9728—61

ОКП 24 7132

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 июня 1979 г. № 2237 срок введения установлен

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 18.12.84 № 4557 срок действия продлен до 01.07.90,

в части 4-хлорнитробензола 2-го сорта до 01.07.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический 4-хлорнитробензол, предназначенный для производства промежуточных продуктов анилинокрасочной промышленности и ядохимикатов для сельского хозяйства.

Формулы: эмпирическая $C_6H_4NO_2Cl$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 157,56.

Установленные настоящим стандартом показатели технического уровня предусмотрены для первой категории качества.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1984 г. (ИУС 3—85).*

© Издательство стандартов, 1986

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям 4-хлорнитробензол должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Высший сорт ОКП 24 7132 0120	1-й сорт ОКП 24 7132 0130	2-й сорт ОКП 24 7132 0140
1. Внешний вид	Плав светло-желтого цвета		Плав от светло-желтого до желтого цвета
2. Температура кристаллизации высушенного продукта, °С, не ниже	82,3	82,2	81,9
3. Массовая доля 4-хлорнитробензола, %, не менее	98,8	Не нормируется	
4. Массовая доля 3-хлорнитробензола, %, не более	0,4	0,8	1,0
5. Массовая доля 2-хлорнитробензола, %, не более	0,7	1,0	1,0
6. Массовая доля 2,4-динитрохлорбензола, %, не более	0,05	0,05	0,1
7. Массовая доля воды, %, не более	0,1	0,15	0,2
8. Массовая доля железа, %, не более	0,002	Не нормируется	
9. Реакция водной вытяжки (pH)	6,5—7,5	Не нормируется	

Примечания:

1. **(Исключен, Изм. № 1).**

2. Показатели подпунктов 3 и 9 таблицы определяют в подпункте, предназначенном для производства метафоса.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Технический 4-хлорнитробензол — горючее вещество Температура вспышки 127°С. Температура самовоспламенения аэрогеля 487°С.

2.2. 4-хлорнитробензол относится к классу высокоопасных соединений. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) — 1 мг/м³. При превышении ПДК вызывает изменение крови, нарушает функции печени, раздражающе действует на кожу и слизистые оболочки. Отравления возможны путем вдыхания паров и всасывания через кожу.

При работе с 4-хлорнитробензолом оборудование должно быть герметизировано, технологический процесс — автоматизирован.

Средства пожаротушения — тонкораспыленная вода или пена.

2.3. При проведении всех видов работ с 4-хлорнитробензолом необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты от попадания продукта на кожные покровы, слизистые оболочки и проникновения его в органы дыхания и пищеварения, а также соблюдать правила личной гигиены.

Все работы с 4-хлорнитробензолом должны проводиться при работающей приточно-вытяжной вентиляции.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. При попадании 4-хлорнитробензола на кожу или спецодежду необходимо снять загрязненную спецодежду, белье и обувь, быстро удалить продукт с пораженной поверхности фильтровальной бумагой, а затем смыть большим количеством воды с мылом.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 6732—76.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Методы отбора проб — по ГОСТ 6732—76. Масса средней пробы должна быть не менее 300 г.

4.2. Для отбора проб содержимое бочек или цистерн подогревают до полного расплавления продукта, не допуская в него попадания влаги.

4.3. Перед каждым анализом среднюю пробу переносят в ступку, тщательно растирают и перемешивают.

4.4. Внешний вид продукта определяют визуально.

4.5. Определение температуры кристаллизации

Температуру кристаллизации определяют по ГОСТ 18995.5—73, (разд. I) в приборе Жукова, используя термометр по ГОСТ 400—80 с ценой деления 0,2°С. Около 30—40 г анализируемого продукта помещают в стакан вместимостью 100 см³, закрывают часовым стеклом, расплавляют в термостате при 90—95°С и высушивают при этой же температуре свежепрокаленным хлористым кальцием (ГОСТ 4460—77) или безводной сернокислой медью

при периодическом размешивании содержимого стакана в течение 30 мин.

Высушенный 4-хлорнитробензол осторожно, избегая попадания осадка, сливают в прибор Жукова. Прибор и термометр должны быть предварительно нагреты до 90—95°С.

4.6. Определение массовых долей 4-хлорнитробензола, 3-хлорнитробензола и 2-хлорнитробензола

Массовую долю 4-хлорнитробензола определяют вычитанием из 100% суммы массовых долей органических примесей, определяемых газохроматографически методом внутреннего эталона с учетом относительных поправочных коэффициентов.

4.6.1. *Приборы и реактивы*

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором, имеющим чувствительность $1 \cdot 10^{-4}$% (по объему).

Колонка хроматографическая из нержавеющей стали, длиной 3 м, внутренним диаметром 3 мм.

Фаза неподвижная 1,4-бутандиолсукцинат или полиэтиленгликольадипинат для хроматографии.

Носитель твердый хроматон N-AW или хроматон N-AW-DMCS с частицами размером 0,20—0,25 мм.

Водород технический по ГОСТ 3022—80, марки Б.

Азот (газ-носитель) газообразный технический по ГОСТ 9293—74.

Хлороформ для фармакопеи.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

«Внутренний эталон» — 2-нитротолуол по ГОСТ 23487—79 перегнанный, с массовой долей основного вещества не менее 99%.

2-Хлорнитробензол с массовой долей основного вещества не менее 99%.

3-Хлорнитробензол дважды перекристаллизованный из этилового спирта.

Воздух для питания приборов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.6.2. *Подготовка к анализу*

4.6.2.1. *Приготовление насадки и заполнение колонки*

1,4-бутандиолсукцинат из расчета 15% от общей массы готовой насадки или полиэтиленгликольадипинат из расчета 23% растворяют в таком объеме хлороформа, чтобы хватило смочить твердый носитель и полученным раствором обрабатывают носитель. Затем хлороформ полностью испаряют на водяной бане под вакуумом при постоянном осторожном перемешивании.

Колонку заполняют сухой насадкой, помещают в термостат хроматографа и продувают током азота в течение 8 ч при 200°С, не присоединяя к детектору.

4.6.2.2. *Режим работы хроматографа*

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

Температура термостата колонки, °С	170—180
Температура испарителя, °С	280—300
Скорость потока газа-носителя (азота), см³/мин	30—40
Скорость потока водорода, см³/мин	30—40
Соотношение скорости водорода и воздуха — по инструкции к прибору	
Скорость движения диаграммной ленты, мм/мин	180 или 240
Объем вводимой пробы, мкл	1—2

4.6.2.3. *Определение относительных поправочных коэффициентов*

Для градуировки прибора готовят по 5—10 искусственных бинарных смесей. Для этого в бюксе взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака соизмеримые массы (около 1 г) определяемой примеси и «внутреннего эталона», добавляют 3 см³ ацетона, перемешивают и проводят анализ искусственной смеси при условиях, указанных в п. 4.6.2.2, измеряя площади пиков, определяют относительный поправочный коэффициент для каждой примеси.

4.6.3. *Проведение анализа*

2 г анализируемого 4-хлорнитробензола взвешивают в бюксе и микрошприцем добавляют 0,01 г 2-нитротолуола. Все взвешивания производят на весах с наибольшим пределом взвешивания 200 г. В бюксу приливают ацетон в объеме, необходимом для полного растворения смеси, и тщательно перемешивают.

Подготовленную анализируемую пробу вводят микрошприцем в испаритель хроматографа.

Порядок выхода компонентов из колонки указан на хроматограмме (см. чертеж).

4.6.4. *Обработка результатов*

4.6.4.1. Относительный поправочный коэффициент определяемого компонента (K_i) вычисляют по формуле

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

где S_i — площадь пика определяемого компонента, мм²;

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

m_i — масса определяемого компонента, г;

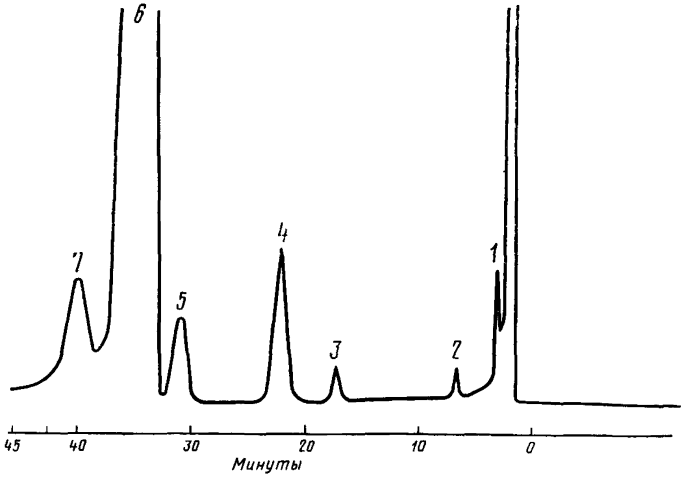
$m_{эт}$ — масса «внутреннего эталона», г.

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

4.6.4.2. Массовую долю каждой примеси (X_i) вычисляют по формуле

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

Типовая хроматограмма товарного 4-хлорнитробензола технического



1 — хлорбензол; *2* — 1,4-дихлорбензол; *3* — нитробензол; *4* — 2-нитроголуол, *5*—3-хлорнитробензол; *6*—4-хлорнитробензол, *7*—2-хлорнитробензол

4.6.2.3, 4.6.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1)**.

где S_i — площадь пика определяемого компонента, мм^2;

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

K_i — относительный поправочный коэффициент определяемого компонента;

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

m_i — масса анализируемой пробы, г.

4.6.4.3. Массовую долю 4-хлорнитробензола *(X)* в процентах вычисляют по формуле

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

где ΣX_i — сумма массовых долей всех органических примесей, определяемых хроматографически, %.

Чувствительность метода для хлорбензола и дихлорбензола 0,001%, для остальных примесей — 0,02%.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02%, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7. Определение массовой доли 2,4-динитрохлорбензола

4.7.1. *Приборы и реактивы*

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором, температура термостата колонок — не ниже 200°С, температура детектора — не ниже 300°С.

Колонка хроматографическая из нержавеющей стали, длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм.

Фаза неподвижная — полиметилфенилсилоксан-4 в количестве 5% от массы носителя.

Носитель твердый — хроматон N-AW с частицами размером 0,20—0,25 мм.

Водород технический по ГОСТ 3022—80, марки Б.

Азот (газ-носитель) газообразный технический по ГОСТ 9293—74.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—74 или фармакопейный.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

4-Хлорнитробензол, дважды перекристаллизованный из этилового спирта.

2,4-Динитрохлорбензол, дважды перекристаллизованный из этилового спирта.

Воздух для питания приборов.

4.7.2. *Подготовка к анализу*

4.7.2.1. *Приготовление эталонной смеси*

Эталонную смесь готовят близкой по составу к анализируемому образцу. Необходимые количества 2,4-динитрохлорбензола и 4-хлорнитробензола взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, добавляют ацетон в соотношении 1:2, перемешивают и снимают хроматограмму при условиях, указанных в п. 4.7.3.

4.7.2.2. *Приготовление насадки и заполнение колонки*

Неподвижную фазу, взятую в количестве 5% от общей массы наполнителя, растворяют в хлороформе и полученным раствором обрабатывают твердый носитель.

Затем хлороформ полностью испаряют при постоянном осторожном помешивании на водяной бане.

Колонку заполняют сухой насадкой, помещают в термостат хроматографа и продувают током азота в течение 8 ч при 200°С.

4.7.2.3. *Режим работы хроматографа*

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

Температура термостата колонки, °С — 180—190.
Температура испарителя, °С — 280—300.
Скорость потока газа-носителя, $см^3$/мин — 30— 40.
Объем пробы, $мм^3$ — 1— 2.
Скорость движения диаграммной ленты, мм/мин — 180—240.

Другие параметры газохроматографического анализа (расход водорода воздуха) выбирают по инструкции к хроматографу.

4.7.3. *Проведение анализа*

1—2 г анализируемого 4-хлорнитробензола взвешивают на весах с наибольшим пределом взвешивания 500 г, прибавляют 1—2 $см^3$ ацетона и тщательно перемешивают.

Подготовленную анализируемую пробу вводят микрошприцем в испаритель хроматографа.

Порядок выхода компонентов из колонки указан на хроматограмме (см. чертеж).

Типовая хроматограмма 2,4-динитрохлорбензола в товарном 4-хлорнитробензоле



1 — ацетон; *2* — 4-хлорнитробензол; *3*—2, 4-динитрохлорбензол

4.7.4. *Обработка результатов*

Для расчета хроматограммы применяется метод «внешнего эталона».

Массовую долю 2,4-динитрохлорбензола (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{S_1 \cdot X_{эт}}{S_{эт}},$$

где X_1 — массовая доля 2,4-динитрохлорбензола в анализируемом образце, %;

$S_{эт}$ — площадь хроматографического пика 2,4-динитрохлорбензола, мм²;

$X_{эт}$ — массовая доля 2,4-динитрохлорбензола в эталонной смеси, %;

S_1 — площадь пика 2,4-динитрохлорбензола анализируемого образца, мм².

Площадь пика (S) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле

$$S = h \cdot b \cdot M,$$

где h — высота пика, мм;

b — ширина пика, измеренная на середине его высоты, мм;

M — масштаб записи сигнала пика.

Высоту пика измеряют линейкой с точностью до 1 мм, ширину — при помощи лупы с точностью до 0,1 мм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10% относительно меньшей величины при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.7.—4.7.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.8. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870—77 (разд. 2), при этом массу навески около 5 г растворяют в 7 см³ пиридина.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02%.

4.9. Массовую долю железа определяют по ГОСТ 16922—71, (разд. 6) фотометрически сульфосалициловым методом.

4.10. Реакцию водной вытяжки (pH) определяют по ГОСТ 21119.3—75.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка — по ГОСТ 6732—76. 4-хлорнитробензол упаковывают в стальные сварные герметичные неоцинкованные боч-

ки типа 1 (ГОСТ 6247—79), вместимостью 200 дм^3 или в специальные железнодорожные цистерны, снабженные внутренними элементами для разогрева или наружной рубашкой, сифоном и двумя штуцерами.

5.2. Маркировка — по ГОСТ 6732—76 с нанесением шифра группы 6212 и манипуляционного знака «герметичная упаковка».

5.3. Транспортирование — по ГОСТ 6732—76. Упакованный в стальные бочки 4-хлорнитробензол перевозят в крытых вагонах. При перевозке продукта железнодорожным транспортом бочки пакетируют.

5.1.—5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.4. 4-хлорнитробензол хранят в упакованном виде или в закрытых емкостях в крытых складских помещениях при температуре не выше 95°С.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие технического 4-хлорнитробензола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения технического 4-хлорнитробензола — три месяца со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *Л. В. Сницарчук*

Сдано в наб. 08.05.86 Подп. в печ. 28.07.86 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,68 уч.-изд. л. Тираж 10 000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 3250.

Группа Л21

Изменение № 2 ГОСТ 9728—79 4-Хлорнитробензол технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.09.89 № 2933
Дата введения 01.04.90

Вводная часть. Исключить слова: «Установленные настоящим стандартом показатели технического уровня предусмотрены для первой категории качества».

Пункт 2.2. Первый абзац. Заменить слова: «4-хлорнитробензол относится к классу высокоопасных соединений» на «4-Хлорнитробензол относится ко 2-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007—76, аллерген».

Пункт 2.3. Последний абзац изложить в новой редакции: «Рабочее помещение должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией. Рабочие места должны быть оборудованы местными вентиляционными отсосами».

(Продолжение см. с. 264)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9728—79)

Пункт 4.1 дополнить абзацем: «Пробы отбирают пробоотборником вместимостью 150 $см^3$, изготовленным из стали марки Х18Н10Т или титана толщиной 2—2,5 мм».

Пункт 4.2 дополнить абзацем: «Перед отбором точечных проб пробоотборник необходимо прогреть в цистерне с расплавленным продуктом в течение 2—3 мин. Отобранные пробы необходимо полностью вылить из пробоотборника в противень или фарфоровую ступку».

Пункт 4.5. Первый абзац. Заменить слова и значения: «Температуру кристаллизации определяют по ГОСТ 18995.5—73 (разд. 1) в приборе Жукова, используя термометр по ГОСТ 400—80 с ценой деления 0,2 °С» на «Температуру кристаллизации определяют по ГОСТ 18995.5—73 в приборе Жукова по температурной остановке, как для вещества, способного переохлаждаться, используя термометр типа ТЛ-42 № 6 с ценой деления 0,1 °С»; «термостате при 90—95 °С» на «сушильном шкафу при 95—100 °С»; 30 мин на 60 мин;

дополнить абзацем: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения

(Продолжение см. с. 265)

между которыми не должны превышать 0,1 °С при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункты 4.6, 4.6.2.3, 4.6.4.1, 4.6.4.2. Заменить слово: «поправочный» на «градуировочный».

Пункт 4.6.1 дополнить абзацами: «Весы лабораторные общего назначения с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г и погрешностью ±0,75 и ±1,5 мг соответственно.

Баня водяная.

Микрошприц вместимостью 10 мкл».

Пункты 4.6.2.3, 4.6.3. Заменить слова: «в бюксе» на «в стаканчике для взвешивания».

Пункт 4.6.3. Первый абзац после слова «анализируемого» дополнить словами: «высушенного по п. 4.5»;

заменить слова: «Все взвешивания производят на весах с наибольшим пределом взвешивания 200 г» на «Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 4.6.4.3. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±4 % при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 4.7.1 дополнить абзацами (после второго): «Весы лабораторные общего назначения с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г и погрешностью ±0,75 и ±1,5 мг соответственно.

Баня водяная.

(Продолжение см. с. 266)

Линейка измерительная по ГОСТ 427-75.

Лупа по ГОСТ 25706—83.

Микрошприц вместимостью 10 мкл»

Пункт 4.7.3. Заменить слова: «1—2 г анализируемого 4-хлорнитробензола взвешивают на весах с наибольшим пределом взвешивания 500 г» на «1—2 г анализируемого 4-хлорнитробензола взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака)».

Пункт 4.7.4. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,01 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 4.8. Последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Маркировка — по ГОСТ 6732—76 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, классификационный шифр 6112, черт. 6а, серийный номер 00Н 1578) и манипуляционного знака «Герметичная упаковка».

(ИУС № 1 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru