

5822-78

5822-78
изм 1



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

АНИЛИН ГИДРОХЛОРИД

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5822-78

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР по СТАНДАРТАМ
Москва

Разработан Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

Бойко В. А., Сологуб В. Н., Мухина А. В., Манова Т. Г., Ротенберг И. Л.,
Комиссаренко Л. Д., Барнинова Т. И., Кидярова Л. В., Палдина Т. К.

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии Ростунов В. Ф.

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 мая 1978 г. № 1422

Реактивы
АНИЛИН ГИДРОХЛОРИД
 Технические условия
 Reagents Aniline hydrochloride
 Specifications

ГОСТ
5822—78

Взамен
 ГОСТ 5822—69

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 мая 1978 г. № 1422 срок действия установлен

с 01.07. 1979 г.
 до 01.07. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — гидрохлорид анилина, представляющий собой белый или белый с желтоватым или сероватым оттенком кристаллический порошок, темнеющий на свету и на воздухе, растворимый в воде и спирте, нерастворимый в эфире и хлороформе.

Формулы: эмпирическая $C_6H_7N \cdot HCl$,



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 129,59.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

Наименование показателя	Норма	
	Чистый д.к. анализа (ч.д.а.)	Чистый (%)
1. Массовая доля гидрохлорида анилина ($C_6H_5NH_2 \cdot HCl$), %	99,5—100,5	98,5—100,5
2. Температура плавления, °C (препарат должен плавиться в интервале 1°C)	197,5—199,0	197,5—199,0
3. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,010	0,025
4. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,01	0,05
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,001	0,005
6. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	Не нормируют

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 150 г.

3.2. Определение массовой доли гидрохлорида анилина

3.2.1. Реактивы, растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 30%-ный раствор, свежеприготовленный.

Калия бромид—бромат (смесь KBr и $KBrO_3$), 0,1 н. раствор; готовят следующим образом: около 2,78 г бромноватокислого калия и 10 г бромистого калия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 25%-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор.

Натрий серноватисто-кислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 0,1 н. раствор.

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,25 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 мл раствора, отмеренного с погрешностью не более 0,05 мл, переносят в коническую колбу для йодометрического титрования вместимостью 400—500 мл (с притертой пробкой), прибавляют из бюретки 40 мл раствора бромид-бромата калия и быстро 10 мл раствора соляной кислоты. Колбу закрывают пробкой, раствор перемешивают и оставляют на 10 мин. Затем к содержимому колбы быстро прибавляют 10 мл раствора йодистого калия, немедленно закрывают колбу пробкой, смочив ее раствором йодистого калия, и оставляют в темном месте на 5 мин. Затем пробку, горло и стенки колбы смывают водой и титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия до слабо-желтой окраски. В конце титрования прибавляют 1 мл раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора.

Одновременно в тех же условиях и с тем же количеством реактивов проводят контрольный опыт.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю гидрохлорида анилина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,002160 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25}$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование контрольного раствора, мл;

V_1 — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, мл;

m — масса навески препарата, г;

0,002160 — масса гидрохлорида анилина, соответствующая 1 мл точно 0,1 н. раствора бромид-бромата калия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

3.3. Определение температуры плавления

Определение проводят по ГОСТ 18995.4—73.

3.4. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.4.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 н. раствор.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

3.4.2. Проведение анализа

10 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 200—300 мл, растворяют в 100 мл воды и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Остаток на фильтре промывают горячей водой до исчезновения реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра) и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

3.5. Определение массовой доли остатка после прокаливании в виде сульфатов

10 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровый тигель (ГОСТ 9147—73), предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г, и нагревают на песчаной бане до полного обугливания препарата. Тигель с остатком охлаждают, смачивают 2 мл серной кислоты (ГОСТ 4204—77), осторожно нагревают на песчаной бане до прекращения выделения паров серной кислоты и прокалывают в муфельной печи при 700—800°C до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после прокаливании не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 5 мг.

3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 8 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 200—250 мл, растворяют в 100 мл воды и фильтруют через беззольный фильтр.

25 мл полученного раствора (соответствуют 2 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 мл и далее определение проводят фототурбидиметрическим методом.

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, приготовленному следующим образом: к 25 мл анализируемого раствора прибавляют 1 мл 10%-ного раствора соляной кислоты, 3 мл раствора крахмала, тщательно перемешивают в течение 1 мин, затем прибавляют 3 мл воды.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

3.7. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 50 мл воды, нейтрализуют, доводят объем раствора водой до метки и, если раствор мутный, его фильтруют.

20 мл полученного раствора (соответствуют 1 г препарата) помещают в колбу вместимостью 50 мл и далее определение проводят тиаоацетамидным методом, визуальнo-колориметрически.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Рв, 1 мл раствора виннокислого калия-натрия, 2 мл раствора гидроокиси натрия и 1 мл раствора тиаоацетамида.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид упаковки: Б0-1, Б0-5п.

Группа фасовки: I, II, III, IV, V.

На этикетке должна быть надпись «Токсичен».

4.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки токсичных грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие гидрохлорида анилина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — два года со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Гидрохлорид анилина является токсичным веществом, действующим на центральную нервную систему и кровь.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (защитные очки, респираторы, резиновые перчатки и обувь, спецодежду), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускается попадание препарата внутрь организма, на кожу и слизистые оболочки. Пораженные места необходимо промыть обильным количеством воды.

6.3. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования и тары. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

6.4. Гидрохлорид анилина — горючее вещество. Взвешенная в воздухе пыль взрывоопасна. Осевшая пыль пожароопасна. Работы с препаратом следует проводить вдали от огня. В случае загорания для тушения применяют инертные газы, пенные огнетушители, песок, асбестовое одеяло.

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Ю. Смирнова*
Корректор *С. С. Шишкова*

Сдано в набор 13.06.78 Подп. в печ. 17.06.78 0,5 п. л. 0,39 уч. -изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зах. 1624

Изменение № 1 ГОСТ 5822—78 Реактивы. Анили гидрохлорид. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.09.88 № 3190

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 3612 0090 02.

По всему тексту стандарта изменить единицу: мл на см³.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «реактив».

Пункт 1.2. Заменить слова: «нормам» на «значениям»;

таблица. Головка. Заменить слово: «Норма» на «Значение»; дополнить кодами для граф: «Чистый для анализа» — ОКП 26 3612 0092 00; «Чистый» — ОКП 26 3612 0091 01;

графа «Чистый». Показатель 1. Заменить значения: 98,5—100,5 на 99—100,5.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Температуру плавления, массовую долю сульфатов и тяжелых металлов изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии».

(Продолжение см. с. 236)

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

При взвешивании используют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг по ГОСТ 24104-88.

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

Пункт 3.2.1 изложить в новой редакции:

«3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 1(2)-2-50-0,1 по ГОСТ 20292-74.

Колба 2-100-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.

Колба Кн-500-29/32 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Пипетки 2-2-25, 4-2-1 и 6(7)-2-10 по ГОСТ 20292-74.

Цилиндры 1(3)-25, 1(3)-50(100) или мензурка 50(100) по ГОСТ 1770-74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Калий бромистокислый по ГОСТ 4457-74.

Калий бромистый по ГОСТ 4160-74.

(Продолжение см. с. 237)

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей 30 %, готовят по ГОСТ 4517—87.

Калий бромоватистокислый (бромид-бромат), раствор концентрации $c(\text{KBrO}_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят следующим образом: около 2,78 г бромоватокислого калия и 10,00 г бромистого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Пункт 3.2.2. Первый абзац до слова «помещают» изложить в новой редакции: «Около 0,2500 г препарата»;

второй абзац до слов «прибавляют из бюретки» изложить в новой редакции: «25 см³ раствора пипеткой (2—2—25) переносят в коническую колбу»;

после слов «быстро прибавляют» дополнить словами: «цилиндром»; перед словом «серноватистокислый» дополнить словом: «5-водного»;

последний абзац. Заменить слово: «количеством» на «объемами».

Пункт 3.2.3. Формула, Экспликация. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия» на «раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (2 раза); «точно 0,1 н. раствора бромид-бромата калия» на «раствора бромоватистокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³»;

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 0,3 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,6$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.4.1. Второй абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор с массовой долей 1,7 %»;

третий абзац исключить;

дополнить абзацами: «Стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «10,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 100 см³ воды и фильтруют, через фильтрующий тигель предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают горячей водой до исчезновения реакции на хлор-ион (проба с раствором азотной кислоты серебра) и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 40 %».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 40 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.5 изложить в новой редакции: «3.5. Определение массовой доли остатка после прокаливании в виде сульфатов».

Определение проводят по ГОСТ 27184—86 из навески 10,00 г в фарфоровом тигле (ГОСТ 9147—80) с предварительным обугливанием на песчаной бане. Остаток обрабатывают 2 см³ серной кислоты (ГОСТ 4204—77) и прокаливают в муфельной печи при температуре 700—900 °С до постоянной массы».

Пункт 3.6. Первый абзац после слов «по ГОСТ 10671.5—74» изложить в новой редакции: «При этом 8,00 г препарата помещают в коническую колбу вмес-

(Продолжение изменения к ГОСТ 5822—78)

тмностью 250 см³ (ГОСТ 25336—82), растворяют в 100 см³ воды (ГОСТ 6709—72) и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента»;

второй абзац дополнить словами: «или визуально-нефелометрическим методом (способ I);

третий абзац. Заменить слова: «10 %-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %»;

дополнить абзацем: «При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фотометрическим методом».

Пункт 3.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 5,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ (ГОСТ 1770—74), растворяют в 50 см³ воды, нейтрализуют, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента»;

второй абзац. Заменить слова: «в колбу вместимостью 50 мл» на «в коническую колбу или пробирку»;

третий абзац перед словом «виннокислого» дополнить словом: «4-водного».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Вид и тип тары: 2т-1 и 2т-4»;

последний абзац исключить; дополнить абзацем: «На тару наносится знак опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 6, подкласс 6.1, степень опасности 3, классификационный шифр 6113)».

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие гидрохлорида анилина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — два года со дня изготовления».

(ИУС № 1 1989 г.)