

ГОСТ 1381-73

Группа Л21

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
УРОТРОПИН ТЕХНИЧЕСКИЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
HEXAMETHYLENETETRAMINE FOR INDUSTRIAL USE. SPECIFICATIONS

МКС 71.080.30

ОКП 24 7891

Дата введения 1974-07-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.В.Ливен, Л.А.Бачинина, Г.Д.Савина, В.А.Стрельникова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 09.02.73 N 329

3. ВЗАМЕН ГОСТ 1381-60

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770-74	3.7.1
ГОСТ 2226-88	4.1, 4.2, 4.4a
ГОСТ 3118-77	3.4.1
ГОСТ 4220-75	3.7.1
ГОСТ 4461-77	3.7.1
ГОСТ 4528-78	3.7.1
ГОСТ 4919.1-77	3.4.1
ГОСТ 5044-79	4.4a
ГОСТ 6709-72	3.4.1 , 3.7.1
ГОСТ 6995-77	3.4.1
ГОСТ 8777-80	4.4a
ГОСТ 9147-80	3.6.1, 3.6.1a
ГОСТ 9338-80	4.3, 4.4a
ГОСТ 14192-96	4.5
ГОСТ 14870-77	3.5
ГОСТ 17811-78	4.1, 4.2, 4.3
ГОСТ 18300-87	3.4.1
ГОСТ 19360-74	4.2
ГОСТ 19433-88	4.5
ГОСТ 20490-75	3.7.1

ГОСТ 21119.4-75	3.8
ГОСТ 21650-76	4.7
ГОСТ 24597-81	4.7
ГОСТ 25336-82	3.4.1, 3.6.1а, 3.7.1
ГОСТ 29252-91	3.4.1, 3.7.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу N 5-94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94)

6. ИЗДАНИЕ (июль 2005 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, 4, 5, 6, утвержденными в августе 1979 г., марте 1981 г., ноябре 1982 г., марте 1985 г., марте 1988 г., декабре 1990 г. (ИУС 9-79, 6-81, 2-83, 6-85, 6-88, 4-91)

Настоящий стандарт распространяется на технический уротропин (гексаметилентетрамин), получаемый при конденсации формальдегида с аммиаком, и устанавливает требования к техническому уротропину, изготовляемому для нужд народного хозяйства и экспорта.

Формула $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 140,19.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3, 5, 6).

1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. В зависимости от назначения технический уротропин должен выпускаться следующих марок:

К - крупнокристаллический;

С - с различным размером кристаллов (полидисперсный);

М - мелкокристаллический.

1.2. По физико-химическим показателям технический уротропин должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для марки				Метод испытания
	К ОКП 24 7891 0100	С		М ОКП 24 7891 0300	
		Высший сорт ОКП 24 7891 0201	Первый сорт ОКП 24 7891 0202		
1. Внешний вид	Крупнокристаллический неслеживающийся порошок белого цвета	Кристаллический слеживающийся порошок белого цвета		Мелкокристаллический слеживающийся порошок белого цвета	По п.3.3
2. Массовая доля аминов, %, не менее	99,5	99,5	98,0	99,5	По п.3.4
3. Массовая доля воды, %, не более	0,5	0,5	2,0	0,5	По п.3.5
4. Остаток после	0,01	0,01	0,01	0,03	По п.3.6

прокаливания, %, не более					
5. Перманганатное число, мин, не менее	120	20	20	-	По п.3.7
6. Остаток после просеивания на сите с сеткой:					По п.3.8
N2,5K, %	Отсутствие	-	-	-	
N 0355 K, %, не менее	80	-	-	-	
N 014 K, %, не менее	90	-	-	-	
N 008 K, %, не более	-	-	-	0,5	

Примечания:

1. Показатель 5 таблицы не определяется для уротропина, применяемого для производства пластических масс.
2. Для медицинской промышленности предназначается уротропин марки С только высшего сорта.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 5, 6).

2А. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Технический уротропин - малотоксичное вещество 3 класса опасности. При попадании на кожу оказывает резко раздражающее действие, иногда вызывает экзему с сильным зудом, быстро проходящие после прекращения работы с ним.

Предельно допустимая концентрация пыли уротропина в воздухе рабочей зоны производственных помещений 9 мг/м^3 .

2а.2. Технический уротропин - горючее вещество. Осевшая пыль пожароопасна. Температура самовоспламенения аэрогеля 343°C . Аэровзвесь взрывоопасна. Нижний концентрационный предел воспламенения аэровзвеси 8 г/м^3 . Минимальная взрывоопасная объемная доля кислорода в облаке пыли 13-14%. Тушить - распыленной водой или пеной.

2а.3. Работу с техническим уротропином следует проводить в помещениях, оборудованных приточно-вытяжной вентиляцией и местными отсасывающими устройствами.

2а.4. Работы с техническим уротропином должны производиться в специальной одежде, специальной обуви, в перчатках. Кожу необходимо предохранять защитными мазями. При попадании технического уротропина на кожу, ее необходимо промыть большим количеством воды.

На рабочем месте должны быть индивидуальные средства защиты органов дыхания.

Разд.2а. (Введен дополнительно, Изм. N 3).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Технический уротропин должен поставляться партиями. Партией считают количество однородного по своим качественным показателям технического уротропина, сопровождаемое одним документом о качестве.

Документ должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта и марки;

номер партии, количество мест в партии;

массу брутто и нетто;

дату изготовления;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта.

Технический уротропин, поставляемый на экспорт, должен сопровождаться документацией в соответствии с НТД и заказом-нарядом внешнеторгового объединения.

Масса партии не должна быть менее 5 т для технического уротропина марок К и С и 100 кг для марки М.

Допускается поставка партии другой массы по согласованию между изготовителями и потребителями.

2.2. Для проверки качества технического уротропина на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта от партии отбирают 5% мешков или барабанов, но не менее пяти единиц продукции при малых партиях.

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей должны проводить повторный анализ пробы, отобранной от удвоенной выборки той же партии.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

2.1, 2.3. (Измененная редакция, Изм. N 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы для анализа отбирают из каждого мешка или барабана, отобранного по п.2.2 в равных количествах при помощи щупа из нержавеющей стали.

3.2. Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и сокращают. Полученную среднюю пробу массой 600 г помещают в чистую сухую, герметически закрываемую банку или пакет из полиэтилена. На банку наклеивают, а в пакет вкладывают этикетку с обозначениями: наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы. Перед каждым анализом среднюю пробу тщательно перемешивают.

3.3. Внешний вид продукта определяют визуально.

3.4. Определение массовой доли аминов

3.4.1. *Применяемые реактивы, растворы, посуда:*

метанол-яд по ГОСТ 6995;

кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор концентрации $c(\text{HCl})=0,5 \text{ моль/дм}^3$ (0,5 н.); спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

бромфеноловый синий (индикатор), 0,1%-ный водно-спиртовой раствор, готовят по ГОСТ 4919.1;

раствор сравнения готовят по п.3.4.2;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

колба Кн-1 - 100 по ГОСТ 25336;

бюретка по ГОСТ 29252, вместимостью 25 см³ ;

весы типа ВЛР-200, 2-го класса, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, или другого аналогичного типа.

(Измененная редакция, Изм. N 4).

3.4.2. Приготовление раствора сравнения

Около 1 г чистого, дважды перекристаллизованного из метанола уротропина (на 12 г технического уротропина необходимо брать 100 см³ метанола), взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), добавляют 5-6 капель раствора бромфенолового синего и приливают рассчитанное количество раствора соляной кислоты.

Объем соляной кислоты (V), см³, вычисляют по формуле

$$V = \frac{m}{0,0701},$$

где m - масса навески дважды перекристаллизованного уротропина, г;

0,0701 - масса уротропина, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), г.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 5).

3.4.3. Проведение анализа

Около 1 г анализируемого уротропина взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую колбу, растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 5-6 капель раствора индикатора - бромфенолового синего и титруют раствором соляной кислоты до появления устойчивой желто-зеленой окраски (в вечернее и ночное время титрование следует проводить при лампах дневного света).

Для определения конца титрования пользуются раствором сравнения. Конец титрования определяют сравнением окраски анализируемого раствора с окраской свежеприготовленного раствора сравнения.

3.4.4. Обработка результатов

Массовую долю аминов (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,0701 \cdot 100}{m_1},$$

где V - объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³ ;

0,0701 - масса уротропина, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), г;

m_1 - масса навески уротропина, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемого расхождения, равного 0,5%, при доверительной вероятности $P = 0,95$. Результат округляют до первого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 5).

3.5. Массовую долю воды определяют электрометрическим титрованием по ГОСТ 14870, разд.2. Допускается определять массовую долю воды визуальным титрованием. При разногласиях в оценке массовой доли воды определение проводят электрометрическим титрованием.

Допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,05% при массовой доле воды не более 0,50% (результат округляют до второго десятичного знака) и 0,2% при массовой доле воды не более 2,0% (результат округляют до первого десятичного

знака). (Измененная редакция, Изм. N 5).

3.6. Определение остатка после прокаливания

3.6.1а. *Применяемые приборы, аппаратура, посуда:*

весы типа ВЛР-200 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного

типа; печь муфельная, обеспечивающая нагрев до 800-1000°C; эксикатор 2-190 по ГОСТ 25336,

заполненный силикагелем или прокаленным хлористым кальцием;

чаши выпарительные N 2 по ГОСТ 9147.

(Введен дополнительно, Изм. N 5).

3.6.1. *Проведение анализа*

Около 5 г анализируемого уротропина взвешивают на весах с наибольшим пределом взвешивания 200 г, помещают в предварительно прокаленную и взвешенную на тех же весах выпарительную чашу N 2 (ГОСТ 9147) и осторожно нагревают на песчаной бане до полного удаления уротропина, затем остаток в чаше прокаливают в муфельной печи при 800-1000°C до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

(Измененная редакция, Изм. N 4).

3.6.2. *Обработка результатов*

Массовую долю остатка после прокаливания (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m - масса навески анализируемого уротропина, г;

m_1 - масса остатка после прокаливания, г.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,005% при доверительной вероятности $P=0,95$. Результат округляют до третьего десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 5).

3.7. Определение перманганатного числа

3.7.1. *Применяемые реактивы, растворы и посуда:*

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)=0,01$ моль/дм³ (0,01 н.);

кобальт азотнокислый по ГОСТ 4528, ч.д.а.;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, ч.д.а.;

кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., концентрированная;

раствор сравнения готовят по п.3.7.2;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

стаканы В-1-100 и В-2-100 по ГОСТ 25336;

пипетка по ГОСТ 29252;

секундомер;

чашки ЧКЦ-1-2500 по ГОСТ 25336;

весы типа ВЛР-200, 2-го класса, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, или другого аналогичного типа;

колба 2-1000-2 по ГОСТ 1770;

термометр лабораторный с пределами измерения от 0 до 100°C и ценой деления 1°C.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 5, 6).

3.7.2. Приготовление раствора сравнения

2,5 г азотнокислого кобальта и 0,01 г двухромовокислого калия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 2 см³ азотной кислоты, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки. Раствор тщательно перемешивают. Срок годности раствора сравнения - 1 год.

(Измененная редакция, Изм. N 4, 5).

3.7.3. Проведение анализа

Около 1 г анализируемого уротропина взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в стакан и приливают 100 см³ воды с температурой (20±1)°C. Полученный раствор перемешивают до полного растворения уротропина.

В другой стакан наливают 100 см³ раствора сравнения и оба стакана помещают в кристаллизационную чашку, наполненную водой с температурой (20±1)°C, которую поддерживают в течение всего времени анализа. Кристаллизационную чашку ставят на лист белой бумаги.

В стакан с раствором анализируемого уротропина добавляют точно 1 см³ раствор концентрации 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) марганцовокислого калия и одновременно включают секундомер. Раствор перемешивают стеклянной палочкой и определяют время, в течение которого данный раствор примет окраску раствора сравнения.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 2 мин при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 4).

3.8. Остаток после просева на сите с сетками N 2,5K, N 0355K, N 014K, N 008K определяют по ГОСТ 21119.4 сухим просеиванием.

За результат анализа принимают среднее арифметическое из четырех параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. N 6).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Технический уротропин марки К упаковывают в полиэтиленовые мешки (ГОСТ 17811) из пленки толщиной $0,220 \pm 0,030$ мм или поливинилхлоридные мешки, помещенные в четырех-, шестислойные, бумажные непропитанные мешки (ГОСТ 2226) марки НМ, или в открытые бумажные пятислойные склеенные мешки с двумя ламинированными полиэтиленом слоями марки ПМ.

Масса нетто не должна превышать 50 кг.

Предельное отклонение массы ± 1 кг.

4.2. Технический уротропин марки С упаковывают в пяти-, шестислойные бумажные битумированные мешки (ГОСТ 2226) марки БМ, в которых внутренний слой, соприкасающийся с уротропином, не должен быть битумированным, или в два четырехслойных бумажных непропитанных мешка (ГОСТ 2226) марки НМ, вложенных один в другой, ламинированные мешки (ГОСТ 2226) марки ПМ; пленочные мешки-вкладыши или полиэтиленовые мешки (ГОСТ 17811), помещенные в трехслойные бумажные мешки (ГОСТ 2226) марки НМ. Для длительного хранения и для поставки на экспорт технический уротропин марки С упаковывают в пленочные мешки-вкладыши (ГОСТ 19360), полиэтиленовые мешки (ГОСТ 17811), помещенные в четырех-, шестислойные бумажные мешки (ГОСТ 2226) марки НМ.

Масса нетто не должна превышать 50 кг.

Предельное отклонение массы ± 1 кг.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 3, 4, 5).

4.3. Технический уротропин марки М упаковывают в полиэтиленовые мешки (ГОСТ 17811) из пленки толщиной $0,190 \pm 0,030$ мм, вложенные в фанерные барабаны (ГОСТ 9338) N 1, тип 1, вместимостью 40 дм^3 или в мешки из винилискожи.

Масса нетто - 20 кг. Предельное отклонение массы $\pm 0,5$ кг.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 5).

4.4. Полиэтиленовые и поливинилхлоридные мешки заваривают, а бумажные зашивают машинным способом.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

4.4а. При транспортировании воздушным транспортом уротропин упаковывают в бумажные мешки по ГОСТ 2226, вложенные в деревянные бочки по ГОСТ 8777, фанерные барабаны по ГОСТ 9338 или стальные барабаны по ГОСТ 5044.

(Введен дополнительно, Изм. N 4).

4.5. Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков: "Беречь от нагрева", "Беречь от влаги" и знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 4, подкласс 4.1, классификационный шифр 4112).

На каждое место партии прикрепляют ярлык или при помощи трафарета наносят маркировку со следующими обозначениями:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта и его марка;

номер партии;

масса брутто и нетто;

дата изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

При транспортировании уротропина воздушным транспортом ярлыки должны быть деревянными или металлическими, прикрепленными с двух сторон.

Маркировку технического уротропина, предназначенного для поставки на экспорт, производят в соответствии с требованиями ГОСТ 14192 и заказа-наряда внешнеторгового объединения.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 4).

4.6. (Исключен, Изм. N 3).

4.7. Технический уротропин транспортируют транспортом любого вида в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозок опасных грузов, действующими на транспорте данного вида.

Технический уротропин транспортируют по железной дороге повагонными отправками транспортными пакетами в соответствии с ГОСТ 24597 и ГОСТ 21650, или в контейнерах, установленных на открытом подвижном составе в соответствии с условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения СССР.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 4).

4.8. Технический уротропин должен храниться в сухих складских помещениях.

Разд.5. (Исключен, Изм. N 3).

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: Стандартинформ, 2005