

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

N,N-ДИМЕТИЛАНИЛИН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ΓΟCT 5855-78

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

N,N-ДИМЕТИЛАНИЛИН

ΓΟCT 5855-78

Технические условия

Reagents. N,N-dimethylaniline. Specifications

ОКП 26 3616 0130 02

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на N,N-диметиланилин, который представляет собой маслянистую бесцветную прозрачную жидкость, желтеющую при стоянии; растворим в спирте, эфире, бензоле.

Формулы: эмпирическая $C_8H_{11}N$;

структурная
$$\longrightarrow$$
 $-N < {}^{CH_3}_{CH_3}$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 121,18. (Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. N,N-диметиланилин должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.
- По физико-химическим показателям N,N-диметиланилин должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3616 0132 00	Чистый (ч.) ОКП 26 3616 0131 01
1. Массовая доля N,N-диметиланилина (C ₈ H ₁₁ N), %, не менее	99,5	99,0
 Плотность р₄²⁰, г/см³ 	0.9550-0.9570	0,9550-0,9580
3. Температура кристаллизации, °С, не ниже	2,2	2,1
4. Температура кипения, °С	192-194	192-195
5. Массовая доля монометиланилина+монометилциклогексила-		
мина, %, не более	0,4	0,6
6. Массовая доля остатка после выпаривания, %, не более	0,01	Не нормируют
7. Испытание на отсутствие углеводородов	Должен выдерживать испытание по п. 4.7	
(Измененная редакция, Изм. № 1).		

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

*

© Издательство стандартов, 1979 © ИПК Издательство стандартов, 1998 Переиздание с Изменениями

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- 2.1. N,N-диметиланилин токсичен, относится к веществам высокоопасным (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрация N,N-диметиланилина в воздухе рабочей зоны производственных помещений 0,2 мг/м³. При увеличении концентрации вызывает отравления с поражением нервной системы, кровеносной системы, а также кожи.
- 2.2. При работе с препаратом необходимо применять индивидуальные средства защиты (фильтрующие промышленные противогазы марки А, резиновые перчатки, защитные очки), не допускать попадания препарата на кожные покровы, а также соблюдать правила личной гигиены.
- 2.3. N,N-диметиланилин горючая, легко воспламеняющаяся жидкость. Температура вспышки 53 °C. Температура самовоспламенения 400 °C. Температурные пределы самовоспламенения, °C: нижний 37, верхний 90.
- Работы с препаратом следует проводить в хорошо вентилируемом помещении, вдали от огня. При загорании для тушения применяют распыленную воду и пену.
- 2.5. Все рабочие помещения, в которых проводят работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

- Правила приемки по ГОСТ 3885.
- Определение плотности и температуры кипения изготовитель проводит периодически по требованию потребителя.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

При проведении анализа должны соблюдаться требования ГОСТ 27025.

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

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

- 4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 300 г. Объем N,N-диметиланилина, необходимый для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или цилиндром с погрешностью не более 1 %.
 - 4.1а, 4.1. (Измененная редакция, Изм. № 2).
 - 4.2. Определение массовой доли N,N-диметиланилина

Массовую долю N,N-диметиланилина определяют по разности, вычитая из 100 % сумму массовых долей органических примесей в процентах.

4.2.1. Определение массовых долей органических примесей
 4.2.1.1. Приборы и реактивы

Хроматограф газовый аналитический типа «Цвет-100» или любого другого типа с аналогичной чувствительностью с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка хроматографическая из нержавеющей стали длиной 3 м и внутренним диаметром

Интегратор электронный или измерительная лупа по ГОСТ 25706 и линейка металлическая измерительная по ГОСТ 427.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Микрошприц вместимостью 10 мкдм³, типа МШ-10.

Газ-носитель — азот газообразный технический по ГОСТ 9293 или гелий высокой чистоты.

Водород технический по ГОСТ 3022 или электролитический, полученный от генератора водорода.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Фаза жидкая неподвижная — апьезон L и полиэтиленгликоль м.м. 20000 (20M).

Носитель твердый — хроматон N-AW с частицами размером 0,16-0,20 мм.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Этилбензол для хроматографии.

4.2.1.2. Подготовка к анализу

Апьезон L в количестве 11 % и полиэтиленгликоль 20M-0.5 % от массы твердого носителя растворяют в хлороформе. Для получения хорошего разделения примесей следует строго соблюдать количественное соотношение неподвижной фазы и твердого носителя. Объем хлороформа должен быть таким, чтобы весь твердый носитель был покрыт раствором жидкой фазы.

При помешивании в раствор засыпают высущенный при 150 °C в сушильном шкафу и взвешенный твердый носитель. Избыток хлороформа удаляют нагреванием массы на водяной бане при постоянном помешивании, затем сушат в сушильном шкафу при 80 °C в течение 1 ч.

Заполнение хроматографической колонки производят по ГОСТ 21533.

Включение и пуск прибора осуществляют в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

Режим работы хроматографа

Температура термостата колонки, °С	30-135
Температура испарителя, °С	
Скорость газа-носителя, см ³ /мин	30
Объем анализируемой пробы, мклм3	1

4.2.1.3. Проведение анализа

Массовые доли органических примесей определяют методом «внутреннего эталона».

Около 3 см³ препарата помещают в стаканчик для взвешивания, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), вводят в него этилбензол («внутренний эталон») из расчета 0,1—0,15 % от массы анализируемого препарата и снова взвешивают. Содержимое стаканчика для взвешивания перемешивают и с помощью микрошприца вводят в испаритель хроматографа соответствующий объем пробы.

Последовательность выхода компонентов из колонки и относительное время удерживания приведены в табл. 2.

Таблица 2

Наименование компонента	Относительное время удерживания	
1. Этилбензол («внутренний эталон»)	1,00	
2. Неидентифицированный компонент	1,27	
3. Монометиланилин+монометилциклогексиламин	3,04	
4. Диметиланилин	4,04	
5. Монометил-о-толуидин	5,31	
6. Диметил-о-толуидин	6,20	
7. Неидентифицированный компонент	16,32	

4.2.1.4. Обработка результатов

Площади пиков (S) в мм² определяют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты. Измерение производят с помощью электронного интегратора или металлической линейки и измерительной лупы.

Массовую долю каждой органической примеси (Хі) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{m_{vr} S_i K_i 100}{S_- m},$$

где $m_{_{\rm ST}}$ — масса введенного «внутреннего эталона», г;

 S_{i} — площадь пика *i*-го компонента, мм²;

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

 K_{i} — градуировочный коэффициент i-го компонента;

т — масса навески анализируемой пробы, г.

Градуировочные коэффициенты определяют по искусственным смесям, близким по составу к анализируемой пробе по ГОСТ 21533.

Массовую долю N,N-диметиланилина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - \Sigma X$$
.

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

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных

определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0.07 %.

4.2.1.1-4.2.1.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Определение плотности проводят по ГОСТ 18995.1 с помощью пикнометра.

4.4. Определение температуры кристаллизации проводят по ГОСТ 18995.5.

4.5. Определение температуры кипения проводят по ГОСТ 18995.6 по Павлевскому.

4.6. Определение массовой доли остатка после выпаривания 10,00 г препарата взвешивают в платиновой (ГОСТ 6563) или выпарительной (ГОСТ 9147) ке, предварительно высущенной до постоянной массы при 200°С и взвещенной (результат

чашке, предварительно высушенной до постоянной массы при 200 °C и взвешенной (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и выпаривают досуха на песчаной бане (вдали от огня).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после выпаривания не будет превышать для препарата чистый для анализа 1 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 35~\%$ при доверительной вероятности P=0.95.

4.7. Испытание на отсутствие углеводородов

5 см³ препарата помещают пипеткой в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 50 см³, содержащую 15 см³ раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118) с массовой долей 25 % и 10 см³ дистиллированной воды (ГОСТ 6709) и перемешивают. После растворения препарата раствор охлаждают до плюс 10 °С.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если в течение 5 мин раствор остается прозрачным.

4.6, 4.7. (Измененная редакция, Изм. № 2).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 3т-1, 3т-5.

Группа фасовки: III, IV, V,

На тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433: основной (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6а) и дополнительный (класс 3, черт. 3), классификационный шифр 6132 и серийный номер ООН 2253.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

- Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.
- 5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях, оснащенных вентиляцией, не допуская воздействия прямых солнечных лучей, вдали от нагревательных приборов.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

- 6.1. Изготовитель гарантирует соответствие N,N-диметиланилина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.
 - 6.2. Гарантийный срок хранения препарата 6 мес со дня изготовления.
 - 6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР РАЗРАБОТЧИКИ
 - Г.В. Грязнов, Т.Г. Манова, И.Л. Ротенберг, Л.Д. Комиссаренко, Н.П. Никонова, И.В. Жарова
- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.11.78 № 2995
- 3. B3AMEH FOCT 5855-70
- 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ΓΟCT 12.1.007—76	2.1
ГОСТ 427—75	4.2.1.1
ΓΟCT 302280	4.2.1.1
ΓΟCT 3118-77	4.7
ΓΟCT 3885—73	3.1; 4.1; 5.1
ΓΟCT 6563—75	4.6
FOCT 6709—72	4.7
ΓΟCT 9147—80	4.6
ГОСТ 9293—74	4.2.1.1
ΓΟCT 18995.1—73	4.3
ΓΟCT 18995.5—73	4.4
ΓΟCT 18995.6—73	4.5
ΓΟCT 19433—88	5.1
ΓΟCT 20015—88	4.2.1.1; 4.2.1.4
ΓΟCT 21533—76	4.2.1.2
ΓΟCT 24104—88	4.1a
ΓΟCT 25336—82	4.2.1.1; 4.7
ΓΟCT 25706—83	4.2.1.1
ΓΟCT 27025—86	4.1a

- Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)
- ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1980 г., в июне 1989 г. (ИУС 5—80, 9—89)

Редактор Л.И. Нахвидов Гехинческий редактор В.Н. Прусакова Корректор Р.А. Ментова Компьютерияя верстка Е.И. Мартымыяновой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 04,09.98. Подписано в печать 25.09.98. Усл. иеч. x, 0.93. Уч. -изд. л. 0.52. Тираж235 жу, C1134. 3ак. 707.

НПК Издательство етвидартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14. Набрано в Издательстве на ПЭВМ Филиал ИПК Издательство етандартов тип. "Москвиский печатник", Москва, Лядин пер., 6. Плр № 080192