

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

N,N-ДИМЕТИЛАНИЛИН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5855—78

Издание официальное

ВЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

N,N-ДИМЕТИЛАНИЛИН

ГОСТ
5855—78

Технические условия

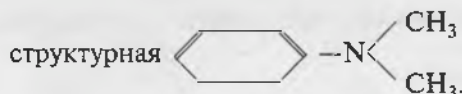
Reagents. N,N-dimethylaniline.
Specifications

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 $C_8H_{11}N$;



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.

1.2. 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 ($C_8H_{11}N$), %, не менее	99,5	99,0
2. Плотность ρ_4^{20} , г/см ³	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+монометилциклогексил- мина, %, не более	0,4	0,6
6. Массовая доля остатка после выпаривания, %, не более	0,01	Не нормируют
7. Испытание на отсутствие углеводов	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 °С. Температура самовоспламенения 400 °С. Температурные пределы самовоспламенения, °С: нижний 37, верхний 90.

2.4. 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

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3.2. Определение плотности и температуры кипения изготовитель проводит периодически по требованию потребителя.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. 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 3 мм.

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

Апъезон L в количестве 11 % и полиэтиленгликоль 20М — 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 высушенный при 150 °С 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 °С 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	130—135
Температура испарителя, °С	280—300
Скорость газа-носителя, см ³ /мин	30
Объем анализируемой пробы, мкдм ³	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+монометилциклогексилламин	3,04
4. Диметиланилин	4,04
5. Монометил- <i>o</i> -толуидин	5,31
6. Диметил- <i>o</i> -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 (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{m_{э\tau} S_i K_i 100}{S_{э\tau} m},$$

где $m_{э\tau}$ — масса введенного «внутреннего эталона», г;

S_i — площадь пика i -го компонента, мм²;

$S_{э\tau}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм²;

K_i — градуировочный коэффициент i -го компонента;

m — 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

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

где $\sum X_i$ — сумма массовых долей всех определяемых примесей, %.