

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

*m*-ФЕНИЛЕНДИАМИН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5826—78

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

33

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

## Реактивы

## m-ФЕНИЛЕНДИАМИН

## Технические условия

Reagents. m-Phenylenediamin.  
SpecificationsГОСТ  
5826—78\*Взамен  
ГОСТ 5826—68

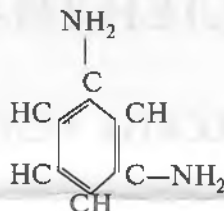
ОКП 26 3612 1520 08

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 мая 1978 г. № 1306 дата введения установлена 01.07.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт распространяется на m-фенилендиамин, который представляет собой мелкие кристаллы, бесцветные или слабоокрашенные в розоватый, бледно-фиолетовый или светлосерый цвета; растворим в воде и спирте, менее растворим в эфире и бензоле.

Формулы: эмпирическая  $C_6H_8N_2$   
структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 108,14.  
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. m-Фенилендиамин должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям m-фенилендиамин должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3612 1522 06	Чистый (ч.) ОКП 26 3612 1521 07
1. Массовая доля m-фенилендиамина ( $C_6H_8N_2$ ), %, не менее	99,5	99,0
2. Температура плавления, °С	63—64	62—64 (в интервале 1 °С)
3. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,02	0,05
4. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,005	0,010

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

\*Переиздание (август 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1984 г., декабре 1988 г.  
(ИУС 9—84, 3—89)

© Издательство стандартов, 1978  
© ИПК Издательство стандартов, 1998

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

- 2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.  
 2.2. Массовую долю железа и остатка после прокаливания в виде сульфатов изготовитель определяет периодически в каждой тридцатой партии.  
 2.2. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

- 3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.  
 При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—88 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 аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.
- 3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73.  
 Масса средней пробы должна быть не менее 70 г.
- 3.1а, 3.1. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).
- 3.2. Определение массовой доли м-фенилендиамина  
 Массовую долю м-фенилендиамина определяют по разности, вычитая из 100 % сумму массовых долей органических примесей, изопропилового спирта и воды в процентах.
- 3.2.1. Определение массовой доли органических примесей  
 3.2.1.1. Аппаратура и реактивы  
 Хроматограф газовый аналитический с пламенно-ионизационным детектором.  
 Колонка хроматографическая длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм.  
 Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75.  
 Лупа измерительная по ГОСТ 25706—83 или интегратор электронный.  
 Чашка выпарительная по ГОСТ 9147—80.  
 Микрошприц вместимостью 10 мм<sup>3</sup>.  
 Фаза неподвижная: апиезон-Л.  
 Водород технический по ГОСТ 3022—80.  
 Воздух для питания контрольно-измерительных приборов.  
 Газ-носитель: гелий высокой чистоты.  
 Носитель твердый: хроматон-N или порошок-1 с частицами размером 0,250—0,315 мм.  
 Бензол по ГОСТ 5955—75.  
 Калия гидроксид по ГОСТ 24363—80.  
 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт.  
 Хлороформ технический по ГОСТ 20015—88.  
 «Внутренний эталон» — эфир диметиловый триэтиленгликоля.  
 Эфир этиловый технический.
- 3.2.1.2. Подготовка к анализу  
 20 см<sup>3</sup> твердого носителя взвешивают в граммах с точностью до второго десятичного знака.  
 Затем гидроксид калия в количестве 5 % от массы твердого носителя растворяют в 20 см<sup>3</sup> этилового спирта в выпарительной чашке, вносят в раствор твердый носитель, помещают чашку на кипящую водяную баню и выпаривают спирт при постоянном перемешивании до исчезновения его запаха.  
 Неподвижную фазу в количестве 15 % от массы твердого носителя растворяют в 20 см<sup>3</sup> бензола и вносят в полученный раствор твердый носитель, обработанный гидроксидом калия. Бензол выпаривают на водяной бане при 60—80 °С при непрерывном перемешивании.  
 Колонку заполняют по ГОСТ 21533—76. Насадку стабилизируют, продувая газом-носителем со скоростью 30—40 см<sup>3</sup>/мин при 100 °С в течение 2 ч, затем при 200 °С в течение 5 ч.  
 Включение и вывод хроматографа на рабочий режим производят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к хроматографу.
- 3.2.1.3. Проведение анализа  
 Массовую долю органических примесей определяют при условиях, указанных ниже:

Температура колонки, °С	150±5
Температура испарителя, °С	290±10
Расход гелия, см <sup>3</sup> /мин	35±5
Расход водорода, см <sup>3</sup> /мин	35±5
Расход воздуха, см <sup>3</sup> /мин	350±50
Объем анализируемой пробы, мм <sup>3</sup>	0,2
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	600
Продолжительность анализа, мин	30

Массовую долю органических примесей определяют методом «внутреннего эталона» с учетом относительных градуировочных коэффициентов.

9,5000—10,0000 г анализируемой пробы взвешивают в аптечной склянке вместимостью 30 см<sup>3</sup>, закрытой пенициллиновой резиновой пробкой, вводят микрошприцем 9—10 мм<sup>3</sup> диметилового эфира триэтиленгликоля и снова взвешивают. Результаты взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Затем в склянку добавляют 20 см<sup>3</sup> этилового спирта, тщательно перемешивают до полного растворения и пробу сразу же вводят в испаритель хроматографа микрошприцем.

Во избежание засорения микрошприца, сразу после ввода пробы его промывают этиловым спиртом, хлороформом или эфиром.

Последовательность выхода компонентов из колонки и относительное время удерживания указаны на хроматограмме (черт. 1) и в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Наименование компонента	Относительное время удерживания
Неидентифицированный компонент	0,28
Неидентифицированный компонент	0,43
Неидентифицированный компонент	0,69
Диметиловый эфир триэтиленгликоля	1,00
о-Фенилендиамин	1,41
п-Фенилендиамин	1,66
м-Фенилендиамин (основное вещество)	2,16
м-Дигидроксиламинобензол или м-гидроксиаминоанилин (предположительно)	3,36

### 3.2.1.1—3.2.1.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 3.2.1.4. Обработка результатов

На хроматограмме измеряют высоту и ширину пиков. Измерения производят с помощью измерительной металлической линейки и измерительной лупы.

Площадь пиков ( $S$ ) в квадратных миллиметрах определяют с помощью электронного интегратора или вычисляют по формуле

$$S = h \cdot \mu_{0,5h}$$

где  $h$  — высота пика, мм;

$\mu_{0,5h}$  — ширина пика, измеренная на середине его высоты с учетом ширины линии, очерчивающей пик, мм.

Массовую долю каждого компонента ( $X_i$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot K_i \cdot m_{\text{эт}} \cdot 100}{m \cdot S_{\text{эт}}}$$

где  $S_i$  — площадь пика  $i$ -го компонента, мм<sup>2</sup>;

$K_i$  — относительный градуировочный коэффициент  $i$ -го компонента;

$m_{\text{эт}}$  — масса навески введенного «внутреннего эталона», г;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г;

$S_{\text{эт}}$  — площадь пика «внутреннего эталона», мм<sup>2</sup>.