ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

м-ФЕНИЛЕНДИАМИН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5826—78

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.553.1'022-41:006:354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

м-ФЕНИЛЕНДИАМИН

Технические условия

Reagents. m-Phenylendiamin. Specifications

ГОСТ 5826—78*
Взамен ГОСТ 5826—68

ОКП 26 3612 1520 08

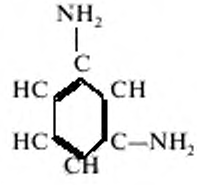
Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 мая 1978 г. № 1306 дата введения установлена 01.07.79

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

Настоящий стандарт распространяется на *м*-фенилендиамин, который представляет собой мелкие кристаллы, бесцветные или слабоокрашенные в розоватый, бледно-фиолетовый или светло-серый 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. *м*-Фенилендиамин должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям *м*-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 *м*-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^3.

Фаза неподвижная: апиезон-L.

Водород технический по ГОСТ 3022—80.

Воздух для питания контрольно-измерительных приборов.

Газ-носитель: гелий высокой чистоты.

Носитель твердый: хроматон-N или порохром-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^3 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^3 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^3 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^3/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, $см^3$/мин	35±5
Расход водорода, $см^3$/мин	35±5
Расход воздуха, $см^3$/мин	350±50
Объем анализируемой пробы, $мм^3$	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 $см^3$, закрытой пенициллиновой резиновой пробкой, вводят микрошприцем 9—10 $мм^3$ диметилового эфира триэтиленгликоля и снова взвешивают. Результаты взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Затем в склянку добавляют 20 $см^3$ 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.

Таблица 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*-гидроксиламиноанилин (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

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

где S_i — площадь пика i-го компонента, $мм^2$;

K_i — относительный градуировочный коэффициент i-го компонента;

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

m — масса навески анализируемой пробы, г;

$S_{эт}$ — площадь пика «внутреннего эталона», $мм^2$.

Градуировочные коэффициенты определяют по ГОСТ 21533—76. Для неидентифицированных примесей градуировочный коэффициент принимают равным 1,0.

Предел обнаружения по *м*-дигидроксиламинобензолу при использовании в качестве твердого носителя хроматона-*N* составляет 0,005 % (по массе), при использовании порохрома-1 — в 1,5 раза ниже.

3.2.2. Определение массовой доли изопропилового спирта и воды

3.2.2.1. *Аппаратура и реактивы*

Хроматограф газовый аналитический с детектором по теплопроводности.

Колонка хроматографическая длиной 2 м, внутренним диаметром 4 мм.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706—83.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147—80.

Микрошприц вместимостью 10 мм^3.

Носитель твердый: полихром—1 с частицами размером 0,250—0,315 или 0,315—0,430 мм.

Фаза неподвижная: полиэтиленгликоль (ПЭГ) М-20000.

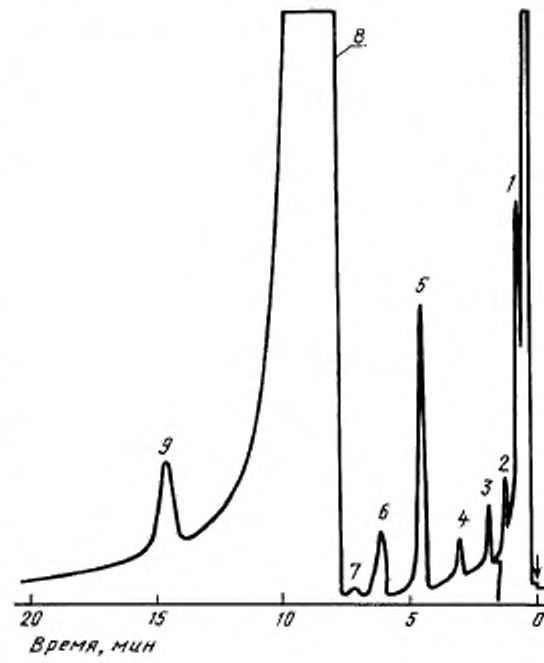
Газ-носитель: гелий высокой чистоты.

Диметилформамид по ГОСТ 20289—74 с установленной по ГОСТ 14870—77 (метод электрометрического титрования с реактивом Фишера) массовой долей воды ($X_в$) не более 0,2 %. Массовая доля воды проверяется 1 раз в неделю.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—88.

«Внутренний эталон»: спирт изоамиловый по ГОСТ 5830—79.

Типовая хроматограмма *м*-фенилендиамина при определении массовой доли органических примесей



1 — этиловый спирт (растворитель); *2,3,4* — неидентифицированные компоненты; *5* — диметиловый эфир триэтиленгликоля («внутренний эталон»); *6* — *о*-фенилендиамин; *7* — *п*-фенилендиамин; *8* — *м*-фенилендиамин; *9* — *м*-дигидроксиламинобензол или *м*-гидроксиламиноанилин (предположительно)

Черт. 1

3.2.2.2. *Подготовка к анализу*

25 см^3 твердого носителя взвешивают в граммах с точностью до второго десятичного знака. Затем неподвижную фазу в количестве 10 % от массы твердого носителя растворяют в 30—40 см^3 хлороформа в выпарительной чашке, вносят в раствор твердый носитель, помещают чашку на водяную баню, нагретую до 60 °С, и испаряют хлороформ при непрерывном перемешивании до исчезновения его запаха.

Колонку заполняют по ГОСТ 21533—76. Насадку стабилизируют, продувая газом-носителем со скоростью 50—70 см^3/мин при 100 °С в течение 2 ч, затем при 180 °С в течение 4—5 ч.

Включение и вывод хроматографа на рабочий режим производят по инструкции, прилагаемой к хроматографу.

3.2.2.3. *Проведение анализа*

Массовые доли изопропилового спирта и воды определяют при условиях, указанных ниже:

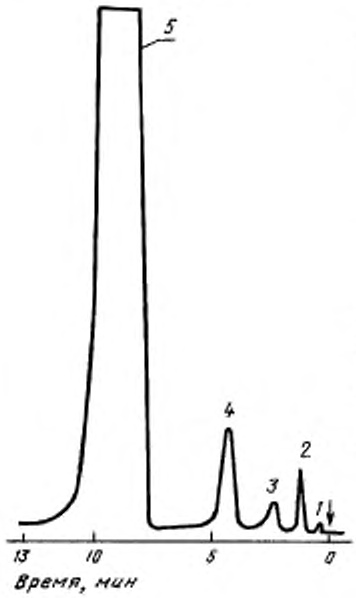
Температура колонки, °С	(120±5)
Температура испарителя, °С	(200±10)
Расход гелия, см^3/мин	(70±5)
Объем анализируемой пробы, мм^3	3
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	600
Продолжительность анализа, мин	15

Массовые доли изопропилового спирта и воды определяют методом «внутреннего эталона» с учетом относительных градуировочных коэффициентов, которые определяют по ГОСТ 21533—76.

1,0000—1,5000 г анализируемой пробы взвешивают в пенициллиновой склянке, закрытой пробкой. Затем, открыв пробку, в склянку быстро вводят микрошприцем 8—12 мм³ (0,6—0,8 % от массы анализируемого вещества) изоамилового спирта, закрывают склянку и снова взвешивают. Пробу *м*-фенилендиамина с добавкой изоамилового спирта растворяют в диметилформамиде. Для этого набирают в сухую пипетку 2—3 см³ диметилформамида и вливают его в пенициллиновую склянку, быстро открыв и сразу же закрыв ее. После этого склянку снова взвешивают. Результаты взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Раствор анализируемой пробы тщательно перемешивают и набирают объем пробы, требуемый для анализа, микрошприцем, прокалывая пробку. Анализируемую пробу вводят в испаритель хроматографа и после выхода на хроматограмме пика растворителя (диметилформамида) пробу вводят повторно. В случае резкого возрастания пика воды, анализируемую пробу готовят заново, стараясь довести до минимума контакт анализируемой пробы с воздухом.

Последовательность выхода компонентов и относительное время удерживания указаны на хроматограмме (черт. 2) и в табл. 3.

Типовая хроматограмма *м*-фенилендиамина при определении массовых долей изопропилового спирта и воды



1 — воздух; *2* — изопропиловый спирт; *3* — вода; *4* — изоамиловый спирт («внутренний эталон»); *5* — диметилформамид (растворитель)

Черт. 2

Таблица 3

Наименование компонента	Относительное время удерживания
Воздух	0,10
Изопропиловый спирт	0,32
Вода	0,49
Изоамиловый спирт	1,00
Диметилформамид (растворитель)	2,19

3.2.2.4. *Обработка результатов*

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

Площадь пика вычисляют по формуле, указанной в п. 3.2.1.4 или с помощью электронного интегратора.

Массовые доли изопропилового спирта (X_1) и воды (X_2) в процентах вычисляют по формулам

$$X_1 = \frac{S_1 \cdot K_и \cdot m_{эт} \cdot 100}{m \cdot S_{эт}},$$

$$X_2 = \frac{S_2 \cdot K_в \cdot m_{эт} \cdot 100}{m \cdot S_{эт}} - X_в \frac{m_д}{(m_д + m_{эт} + m)},$$

где S_1 — площадь пика изопропилового спирта, мм²;

$K_и$ — относительный градуировочный коэффициент изопропилового спирта;

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

m — масса навески анализируемой пробы, г;

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

S_2 — площадь пика воды, мм²;

$K_в$ — относительный градуировочный коэффициент воды;

$X_в$ — массовая доля воды в диметилформамиде, определенная методом электрометрического титрования с реактивом Фишера (см. п. 3.2.2.1);

$m_д$ — масса навески диметилформамида, г.

Предел обнаружения по изопропиловому спирту составляет 0,02 % (по массе), по воде — 0,05 % (по массе).

3.2.3. Массовую долю *м*-фенилендиамина (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = 100 - (X + X_1 + X_2),$$

где X — сумма массовых долей органических примесей, определяемых по п. 3.2.1, %;

X_1 — массовая доля изопропилового спирта, определяемая по п. 3.2.2, %;

X_2 — массовая доля воды, определяемая по п. 3.2.2, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает 0,06 %.

3.2.1—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3. Определение температуры плавления

Определение проводят по ГОСТ 18995.4—73.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 27184—86 из навески 5,00 г с предварительным нагреванием без серной кислоты до удаления основной массы реактива.

Остаток после прокаливания сохраняют для определения массовой доли железа по п. 3.5.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом остаток после прокаливания, полученный по п. 3.4, растворяют в 5 см^3 раствора соляной кислоты при нагревании, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем водой до метки.

10 см^3 полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют 10 см^3 воды, 0,5 см^3 раствора соляной кислоты (вместо 1 см^3) и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг,

для препарата чистый — 0,050 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6—3.7.2. **(Исключены, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-2, 2т-4, 2т-5, 6т-1, 6—2, IIт-1, II-2.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6б, классификационный шифр 6163, серийный номер ООН 1673).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях, специально предназначенных для хранения ядов.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. *м*-Фенилендиамин является кровяным и нервным ядом, действуя, как все амины: вызывает образование метгемоглобина, действует на нервную систему, печень, сильный аллерген. Отравление возможно при вдыхании паров, а также через кожу.

м-Фенилендиамин относится к веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007—76. Предельно допустимая концентрация его в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 0,1 мг/м^3.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, не допуская попадания его на слизистые оболочки и кожные покровы, а также соблюдать правила личной гигиены.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. В местах наибольшего пыления продукта должны быть местные отсосы.

Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

6.1—6.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6.4. *м*-Фенилендиамин — горючее вещество.

Температура вспышки — 155 °С.

Температура воспламенения — 187 °С.

Работы с препаратом следует проводить вдали от огня.

В случае загорания для тушения применяют распыленную воду.

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 29.07.98. Подписано в печать 11.09.98. Усл.печ.л. 0,03. Уч.-изд.л. 0,77. Тираж 143 экз. С/Д 6351. Зак. 20.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru