ОКП 26 36I3 027I 05

УДК 547.233.22-41
Группа Л 52

УТВЕРЖДЕНО
организацией
"25" I0 I989 г.

СОГЛАСОВАНО
с потребителем
"II" 08 I989 г.

с базовой организацией
по стандартизации
"23" 10 I989 г.

Верно: [signature]

ДИЭТИЛАМИН
чистый

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
ТУ 6-09-68-89

Срок введения с I.0I.90 г.

Руководитель Госприёмки
"24" 07 I989 г.

I989

N 2997868 от 90.02.02

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО
№ 009/000178
Восточн[illegible] центр
стан[illegible]
"4" декабря 1989 г.
Подпись [illegible]

Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

gost.e-ecolog.ru

Настоящие технические условия распространяются на диэтиламин чистый, предназначенный для применения в органическом синтезе.

Диэтиламин представляет собой бесцветную прозрачную легко воспламеняющуюся жидкость с запахом аммиака. Хорошо растворяется в воде, этаноле, эфире.

Формулы

эмпирическая $C_4H_{11}N$

структурная $CH_3-CH_2 \diagdown NH \diagup CH_3-CH_2$

Молекулярная масса /по международным атомным массам 1985 года/ 73,14.

Пример записи обозначения продукции при её заказе и в документации другой продукции, в которой она может быть применена: Диэтиламин чистый, ТУ 6-09-68-89.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Реактив диэтиламин должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящих технических условий по технологии, утверждённой в установленном порядке.

I.2. По физико-химическим показателям реактив диэтиламин должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. I.

Таблица I

Наименование показателя	Значение	Метод анализа
I. Внешний вид - показатель цветности по бихроматной шкале, не выше	5	По ГОСТ 14871-76
2. Массовая доля основного вещества /$C_4H_{11}N$/, %, не менее	99,0	По п. 4.I.
3. Плотность /ρ / при 20°С, г/см^3	0,702-0,706	По ГОСТ 18995.I-73 раздел I.
4. Массовая доля нелетучих веществ, %, не более	0,02	По п. 4.2.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.I. Одним из механизмов токсического действия диэтиламина является угнетение фермента холинэстеразы. Зона токсического действия диэтиламина невелика, что увеличивает его опасность. Действует раздражающе на кожу и глаза.

Предельно допустимая концентрация паров диэтиламина в воздухе рабочей зоны 30 мг/м^3. Диэтиламин по токсичности относится к четвёртому классу опасности /ГОСТ I2.I.005/. /6/.

2.2. Диэтиламин - легковоспламеняющаяся жидкость.

Температура вспышки - 26^{0}С.

Температура самовоспламенения 490^{0}С.

Область воспламенения 2,4-I4,9 % объёмных.

Температурные пределы воспламенения:

нижний - 26^{0}С

верхний 8^{0}С /7/

2.3. Для тушения горящего диэтиламина применять химическую пену, тонкораспылённую воду, воздушно-механическую пену, высокократную пену и газовые огнегасительные составы.

При небольших очагах рекомендуется песок, асбестовое полотно.

2.4. Помещения, в которых проводят работы с диэтиламином, должны быть обеспечены приточно-вытяжной вентиляцией, а оборудование - местными отсосами. Запрещается работа с открытым огнём.

Электрооборудование и искусственное освещение должны быть выполнены во взрывобезопасном исполнении.

2.5. При сливо-наливных операциях строго соблюдать требования действующих "Правил защиты от статического электричества в производствах химической, нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности".

2.6. Обезвреживание диэтиламина при розливе следует проводить немедленной засыпкой песком с выносом его из помещения в специально отведённое место.

При работе с диэтиламином не допускается использование инструментов, дающих при ударе искру.

2.7. Работающие с диэтиламином должны быть обеспечены спецодеждой по ГОСТ 27651 и ГОСТ 27653 в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, резиновыми перчатками, защитными очками. Иметь на рабочем месте противогаз марки БКФ.

Соблюдать правила личной гигиены.

2.8. Отходы производства диэтиламина направляются на сжигание, промстоки - на станцию нейтрализации, затем на биологическую очистку.

3. ПРАВИЛА ПРИЁМКИ

3.I. Реактив диэтиламин должен поставляться партиями. Партия готовой продукции определяется по ГОСТ 3885.

3.2. Для контрольной проверки качества реактива на соответствие его показателей требованиям настоящих технических условий должен

применяться порядок отбора проб и методы анализа, указанные ниже. При проведении приёмо-сдаточных испытаний должны соблюдаться требования ГОСТ 27025.

3.3. Пробы отбирают в соответствии с ГОСТ 3885. Общая масса средней отобранной пробы должна быть не менее 500 г.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.I. Определение массовой доли основного вещества

Массовую долю основного вещества определяют методом газо-жидкостной хроматографии

4.I.I. Аппаратура и реактивы

Хроматограф с детектором по теплопроводности типа ЛХМ-72, "Хром-5"/производство ЧССР/.

Колонки хроматографические:

колонка № I - длиной 2 м, диаметром 4 мм;

колонка № 2 - длиной 3 м, диаметром 4 мм или длиной 3,5 м, диаметром 3 мм /для "Хром-5"/.

Микрошприц типа МШ-I0 или МШ-I0 М.

Гелий газообразный по ТУ 5I-940, очищенный, марки Б-газ носитель

Метанол - яд по ГОСТ 6995, х.ч., абсолютированный - внутренний стандарт для колонки № 2.

Метилен хлористый по ГОСТ 9968.

2-Пентанол по ТУ 6-09-3326-внутренний стандарт для колонки № I.

Полихром-I по ТУ 6-09-3603 , фракция 0,250-0,3I5 мм или 0,3I5-0,400 мм - твёрдый носитель для хроматографии /для колонки № I/.

Полиэтиленгликоль с молекулярной массой 20000 - /ПЭГ-20М/ - жидкая фаза для колонки № I.

Полиэтиленимин с молекулярной массой от 3000 до I0000 - жидкая фаза для колонки № 2.

Целит 545, или хромосорб ✓ , или полихром-I, фракция 0,250-0,3I5 мм - твёрдые носители для хроматографии /для колонки № 2/.

Фаза неподвижная - аналогичная тритону Х - 305 или сапалу - II.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015, высший сорт.

4.I.2. Подготовка к анализу

Насадку для хроматографической колонки № I готовят следующим образом. Товарную партию полихрома-I рассеивают на стандартных ситах, отбирая фракцию 0,250-0,3I5 или 0,3I5-0,400 мм. Взвешивают 40 $см^3$ порошка полихрома-I. Навеску ПЭГ-20М в количестве I0 % от массы твёрдого носителя растворяют в 70 $см^3$ хлороформа в выпарительной чашке, куда затем всыпают полихром-I. Чашку помещают на водяную баню, нагретую до 60°С, и испаряют растворитель при непрерывном

перемешивании смеси лёгкой ложечкой до отсутствия запаха хлороформа.

Полученной насадкой равномерно заполняют хроматографическую колонку № I.

Насадку для хроматографической колонки № 2 готовят следующим образом. Взвешивают 35 $см^3$ целита-545 или любого другого избранного твёрдого носителя. Навеску полиэтиленимина в количестве I,5-2,0 % от массы твёрдого носителя растворяют в 60 $см^3$ метанола в выпарительной чашке, куда затем всыпают твёрдый носитель. Чашку помещают на водяную баню, нагретую до 60-70°С, и испаряют растворитель при непрерывном перемешивании смеси стеклянной или фарфоровой ложечкой до отсутствия запаха метанола.

Затем твёрдый носитель с полиэтиленимином выдерживают в сушильном шкафу при температуре I00-I20°С в течение I часа, периодически перемешивая. Далее к твёрдому носителю, пропитанному полиэтиленимином, приливают раствор, состоящий из расчёта 25 % тритона Х-305 от массы твёрдого носителя в хлористом метилене, и повторяют ту же операцию.

Полученной насадкой равномерно заполняют хроматографическую колонку № 2.

Колонки подключают к хроматографу и, не присоединяя к детекторам, продувают газом-носителем со скоростью 50 $см^3$/мин в течение 2-х часов при температуре I00°С. Каждую колонку проверяют на разделительную способность с помощью искусственной смеси, состоящей из этилового эфира, моно-, ди-, и триэтиламинов, ацетонитрила, метанола, этанола и воды.

Для определения градуировочных коэффициентов готовят искусственную смесь, состоящую из определяемых компонентов и "внутреннего стандарта".

Искусственнне смеси для определения градуировочных коэффициентов не подлежат хранению более двух суток.

Градуировочный коэффициент находят, как среднее арифметическое результатов анализа не менее трёх смесей.

Для каждой искусственной смеси средний коэффициент вычисляют по данным не менее трёх хроматограмм.

Определение градуировочных коэффициентов следует проводить не реже, чем через 200 анализов, при смене насадки и после ремонта хроматографа.

4.I.3. Проведение анализа

Для проведения анализа хроматографические колонки присоединяют к детекторам и устанавливают на хроматографе следующий режим:

температура колонки 70°С;
температура испарителя 140°С;
температура детектора 120°С;
расход газа-носителя 30 см^3/мин ;
ток детектора 140 мА;
скорость движения диаграммной ленты 360 мм/ч ;
объём вводимой пробы 2,0-3,0 мм^3.

После того, как хроматограф выйдет на заданный режим, каждую пробу анализируемого вещества с добавками стандартов вводят с помощью микрошприца в нагретый испаритель прибора. Последовательность выхода и относительные времена удерживания компонентов указаны в табл. 2 /для колонки № 1/ и в табл. 3 /для колонки № 2/.

Таблица 2

Наименование компонента	Относительное время удерживания	Колибровочный коэффициент К
Основное вещество	0,10	-
ацетонитрил	0,45	-
вода	0,53	0,96
2-пентанол /стандарт/	1,00	1,00

Таблица 3

Наименование компонента	Относительное время удерживания	Колибровочный коэффициент К
воздух	0,09	-
моноэтиламин	0,24	0,8
неидентифицированное вещество	0,28	1,0
неидентифицированное вещество	0,31	1,0
основное вещество	0,41	-
триэтиламин	0,50	0,8
метанол/стандарт/	1,00	1,00
ацетонитрил	1,44	1,08
вода	2,74	-

Продолжительность анализа составляет на колонке № I I5 минут, на колонке № 2 40 минут.

4.I.4. Обработка результатов

Определение массовой доли основного вещества в диэтиламине проводят методом внутреннего стандарта. В качестве стандарта используют 2-пентанол /для определения воды на колонке № 2/ и метанол /для определения примесей на колонке № 2/. Стандарты дозируют в анализируемые пробы в количестве 0,5–0,8 % масс.

Площади пиков на хроматограмме рассчитывают умножением высоты пика на ширину его, измеренную на середине высоты. На хроматограмме № I рассчитывают только площади пиков воды и стандарта. На хроматограмме № 2 рассчитывают площади всех примесей, кроме воды.

Градуировочный коэффициент /K_i/ для определяемого компонента вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{cm}}{m_{ст} \cdot S_i}, \quad /I/$$

где m_i – масса навески определяемого компонента в искусственной смеси, г;

m_{cm} – масса навески внутреннего стандарта в искусственной смеси, г;

S_i – площадь пика определяемого компонента, мм^2;

S_{cm} – площадь пика внутреннего стандарта, мм^2.

Для неидентифицированных примесей градуировочный коэффициент /К/ принимают равным I.

Массовую долю каждой примеси /X_i/ в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = K_i \frac{S_i \cdot m_{cm} \cdot 100}{S_{cm} \cdot m}, \quad /2/$$

где K_i – градуировочный коэффициент i-го компонента;

S_i – площадь пика i-го компонента, мм^2;

$m_{ст}$ – масса навески внутреннего стандарта, г;

S_{cm} – площадь пика внутреннего стандарта, мм^2;

m – масса навески препарата, г.

Массовую долю основного вещества /X/ в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - \Sigma X_i - W \quad /3/$$

где ΣX_i – сумма массовых долей примесей, определённых на колонке № 2, %;

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

W – массовая доля воды, определённая хроматографически на колонке № I, %.

Предел обнаружения метода по воде – 0,05 %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,2 % масс.

4.2. Определение массовой доли нелетучих веществ

Массовую долю нелетучих веществ определяют по ГОСТ 27026. Навеска препарата 5,00 г /7,0 $см^3$/.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.I. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885. Вид и тип тары: I-I, 3-I, 3-5, 3-6, 8-I, 8-2.

Для дополнительной герметизации потребительской тары: стеклянные бутылки заливают уплотняющими материалами /смесью парафина с полиэтиленом, ацетилцеллюлозной смесью и др./, бутыли обвязывают полиэтиленовой плёнкой.

Группа фасовки: У,УI,УП.

5.2. В качестве транспортной тары для бутылей используют ящики деревянные № I-2 тип У-I, №3-2 тип У-I, изготовленные в соответствии с ГОСТ I8573, или ящики неразборные из древесноволокнистой плиты или дерева тип Ш-I – для потребительской тары 3-I, 3-5, 3-6, изготовляют по ГОСТ I8573 или ГОСТ 5959.

5.3. Транспортная маркировка – в соответствии с ГОСТ I4I92 с нанесением манипуляционных знаков № I "Осторожно, хрупкое!", № II "Верх, не кантовать" и знаков опасности по ГОСТ I9433, класс 3, подкласс 3.I., дополнительно 6.I.,черт.6б, классификационный шифр 3I5I, серийный номер 00Н II54.

5.4. Препарат транспортируют железнодорожным транспортом в соответствии с "Правилами перевозки грузов", изд. "Транспорт", I987 г. или автомобильным транспортом в соответствии с "Инструкцией о порядке перевозки грузов автомобильным транспортом", утверждённой приказом МВД СССР от 20.II.80 г.

5.5. Препарат хранят в крытых вентилируемых складских помещениях изготовителя или потребителя, не допуская воздействия прямых солнечных лучей.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.I. Готовая продукция должна быть принята отделом технического контроля предприятия-изготовителя. Изготовитель гарантирует соответ-

ствие поставляемого реактива требованиям настоящих технических условий при правильном его транспортировании и соблюдении потребителем условий хранения, установленных техническими условиями.

6.2. Гарантийный срок хранения реактива - один год, в таре I-I - три года со дня изготовления. По истечении указанного срока реактив может быть использован при соответствии его требованиям настоящих технических условий.

ПЕРЕЧЕНЬ НТД,
на которую имеются ссылки
в тексте технических условий

ГОСТ I2.I.005-88	ССБТ. Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования.
ГОСТ 3885-73 * /СТ СЭВ 805-77, СТ СЭВ I428-78/	Реактивы и особо чистые вещества. Правила приёмки, отбор проб, фасовка, упаковка и маркировка.
ГОСТ 5959-80 *	Ящики из листовых древесных материалов неразборные для грузов массой до 200 кг.
ГОСТ 6995-77 * /СТ СЭВ 4274-83/	Реактивы. Метанол - яд.
ГОСТ 9968-86	Метилен хлористый технический.
ГОСТ I4I92-77 * /СТ СЭВ 257-80, СТ СЭВ 258-8I/	Маркировка грузов.
ГОСТ I487I-76 * /СТ СЭВ I696-79/	Реактивы. Методы определения цветности жидких химических реактивов и растворов реактивов.
ГОСТ I8573-86	Ящики деревянные для продукции химической промышленности.
ГОСТ I8995.I-73 * /СТ СЭВ I504-79/	Продукты химические жидкие. Методы определения плотности.
ГОСТ I9433-88	Грузы опасные. Классификация. Знаки опасности.
ГОСТ 200I5-88	Хлороформ технический.
ГОСТ 27025-86 /СТ СЭВ 804-77/	Реактивы. Общие указания по проведению испытаний.
ГОСТ 27026-86 /СТ СЭВ 433-77/	Реактивы. Определение нелетучего остатка.

ГОСТ 27651-88	ССБТ. Одежда специальная для защиты от механических воздействий, воды и щелочей. Костюмы женские.
ГОСТ 27653-88	ССБТ. Одежда специальная, для защиты от механических воздействий, воды и щелочей. Костюмы мужские.
ТУ 6-09-3326-79	Пентанол-2.
ТУ 6-09-3603-74	Полихром-1.
ТУ 51-940-80	Гелий газообразный.

Исполнитель-инженер стандартизации В.М.Бабушкина

Подп. и дата | Инв. № дубл. | Взам. инв. № | Подп. и дата | Инв. № подл.

ОКП 26 3613 0271 05

УДК 547-41

Группа Л 52

Зарегистрировано в ВСЦСМ
"___" _____ 1991 г.
за №_____

УТВЕРЖДАЮ
Зам.начальника
ВО Союзреактив
_____ В.И.Базакин
"10" _____ 1992 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № 2

ТУ 6-09-68-89

ДИЭТИЛАМИН

чистый

Дата введения 01.08.92

СОГЛАСОВАНО
Зам.директора
ВНИИСВ
_____ Е.П.Краснов
"__" _____ 1991 г.

ТПГ 11-156/12

Всесоюзная Федерация
профсоюзов работников
химических отраслей
промышленности
письмо № 20-5844
"26" _____ 1991 г.

Главный инженер Ангарского
завода химреактивов
_____ Г.Д.Дисс
"10" _____ 1991 г.

Зам.главного инженера
по новой технике -
начальник ЦЗЛ
_____ В.Н.Платонова
"11" _____ 1991 г.

Зам.директора по качеству -
начальник ОТК
_____ Л.Л.Чуркина
"11" _____ 1991 г.

Начальник ПТО
_____ Г.И.Волошкин
"11" _____ 1991 г.

Начальник сектора
стандартизации
_____ Е.М.Акимова
"11" _____ 1991 г.

1991

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

Раздел, пункт	!	Содержание изменения

Раздел 2

Дополнить пунктом 2.9.

"2.9. Охрана природы

2.9.I. Защита окружающей среды при производстве диэтиламина должна быть обеспечена герметизацией технологического оборудования, потребительской и транспортной тары.

2.9.2. Выбросы газообразных отходов в атмосферу должны подвергаться очистке до установленных норм предельно допустимых выбросов.

Сброс загрязненных вод должен производиться в промышленную канализацию.

Попадание в грунтовые воды не допускается.

2.9.3. Контроль за состоянием воздушной среды проводят силами санитарной лаборатории по графику, согласованному с органами санитарного надзора.

2.9.4. Все работающие с диэтиламином должны проходить предварительные и периодические медосмотры в соответствии с приказом Минздрава СССР."

Исполнитель-инженер стандартизации Бабушкина В.М.Бабушкина

Инв.№ подл. | Подп. и дата | Взам.инв.№ | Инв.№ дубл. | Подп. и дата

gost.e-ecologg.ru