ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

N,N-ДИМЕТИЛАНИЛИН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5855—78

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.551.2'211—41:006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

N,N-ДИМЕТИЛАНИЛИН

Технические условия

ГОСТ 5855—78

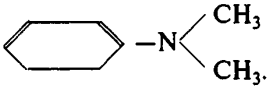
Reagents N,N-dimethylaniline
Specifications

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 .

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+монометилциклогексиламина, %, 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/м^3. 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 мкдм^3, 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 (20М).

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 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 $см^3$ 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 $мм^2$ 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

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

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

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

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

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

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

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) чашке, предварительно высушенной до постоянной массы при 200 °С 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 ±35 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.7. Испытание на отсутствие углеводородов

5 $см^3$ препарата помещают пипеткой в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 50 $см^3$, содержащую 15 $см^3$ раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118) с массовой долей 25 % и 10 $см^3$ 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

5.1. 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).

5.2. 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

1. **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. **ВЗАМЕН ГОСТ 5855—70**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	2.1
ГОСТ 427—75	4.2.1.1
ГОСТ 3022—80	4.2.1.1
ГОСТ 3118—77	4.7
ГОСТ 3885—73	3.1; 4.1; 5.1
ГОСТ 6563—75	4.6
ГОСТ 6709—72	4.7
ГОСТ 9147—80	4.6
ГОСТ 9293—74	4.2.1.1
ГОСТ 18995.1—73	4.3
ГОСТ 18995.5—73	4.4
ГОСТ 18995.6—73	4.5
ГОСТ 19433—88	5.1
ГОСТ 20015—88	4.2.1.1; 4.2.1.4
ГОСТ 21533—76	4.2.1.2
ГОСТ 24104—88	4.1а
ГОСТ 25336—82	4.2.1.1; 4.7
ГОСТ 25706—83	4.2.1.1
ГОСТ 27025—86	4.1а

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **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. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 04.09.98. Подписано в печать 25.09.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,52. Тираж 137 экз. С1134. Зак. 707.

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