

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ДИФЕНИЛАМИН ТЕХНИЧЕСКИЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ДИФЕНИЛАМИН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Diphenylamine for industrial use.
SpecificationsГОСТ
194—80

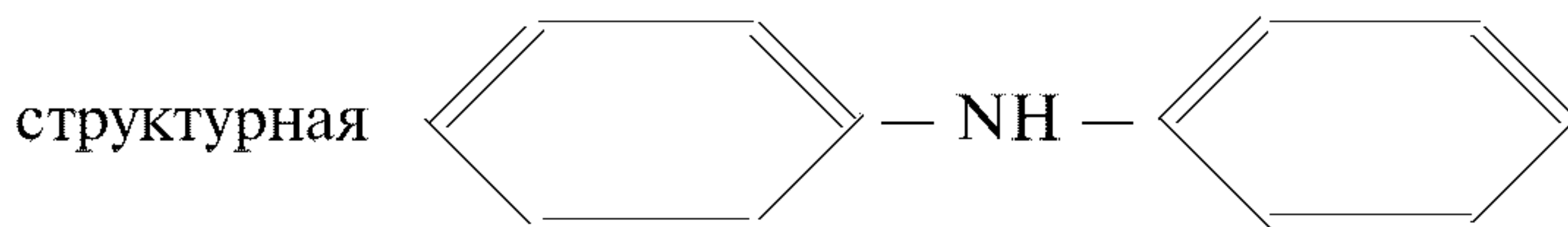
ОКП 24 7145 0800

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на технический дифениламин, применяемый для производства тиодифениламина, диафена ФП, N-нитрозодифениламина, красителей и для специальных целей.

Формулы:

эмпирическая $C_6H_5NHC_6H_5$,



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 169,23.

Требования настоящего стандарта, кроме требований к массовой доле примесей, не растворимых в этиловом спирте, и рН водной вытяжки, являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям дифениламин должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для сорта	
	высшего ОКП 24 7145 0820	первого ОКП 24 7145 0830
1. Внешний вид	Чешуйки или мелкие кристаллы от светло-серого до светло-желтого цвета	Чешуйки или мелкие кристаллы светло-серого, светло-желтого или светло-коричневого цвета или расплав коричневого цвета
2. Массовая доля дифениламина, %, не менее	99	98,5
3. Температура кристаллизации, °С, не ниже	52,4	52,0

Издание официальное



Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 2001

Наименование показателя	Норма для сорта	
	высшего ОКП 24 7145 0820	первого ОКП 24 7145 0830
4. Массовая доля анилина, %, не более	Отсутствие	0,1
5. (Исключен, Изм. № 1).		
6. Массовая доля примесей, не растворимых в этиловом спирте, %, не более	0,05	0,05
7. рН водной вытяжки	6—8	6—8

Примечание. Если при хранении дифениламина изменяется цвет до розового, розовато-серого или коричневого, появляются комки, это не является причиной для бракования при условии, что все основные показатели будут соответствовать требованиям настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Дифениламин — горючее вещество. Температура воспламенения 173 °С. Температура самовоспламенения 634 °С. Нижний концентрационный предел распространения пламени — 20 г/м³. Температурные пределы распространения пламени: нижний 147 °С, верхний 194 °С. При загорании дифениламин следует тушить распыленной водой со смачивателем.

2.2. Дифениламин — вещество умеренно опасное, 3-й класс опасности (по величине среднесмертельной дозы при введении в желудок, равной 2,0—3,2 г/кг) по ГОСТ 12.1.007.

Технологический процесс должен быть механизирован, оборудование герметизировано.

Помещение, в котором проводится работа с продуктом, должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией. В местах возможного пылевыделения должны быть оборудованы местные отсосы.

Ежесменно следует проводить влажную уборку помещения. Продукт с кожи и слизистых удаляют водой.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.3. При отборе проб, анализе, изготовлении и применении дифениламина работающие должны быть обеспечены индивидуальными средствами защиты.

При загазованности помещений парами дифениламина следует пользоваться противогазом марки А или БКФ, при запыленности — респираторами.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 6732.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Показатели «Массовая доля примесей, не растворимых в этиловом спирте» и «рН водной вытяжки» изготовитель определяет по требованию потребителя. В продукте для экспорта показатель «Массовая доля примесей, не растворимых в этиловом спирте» определяют в каждой партии.

Для дифениламина, предназначенного для специальных целей, массовую долю анилина определяют по согласованию с потребителем.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

Для анализов используют лабораторные весы общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью $\pm 0,7500$ мг.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.1. Методы отбора проб — по ГОСТ 6732.2.

Объем выборки следующий: от 50 единиц тары — 5 единиц, от 50 до 100 единиц — 7, более чем от 100 единиц — 9.

4.2. Перед каждым анализом среднюю пробу переносят в фарфоровую ступку, тщательно растирают и перемешивают. Работу следует проводить в вытяжном шкафу.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.3. Внешний вид продукта оценивают визуально.

4.4. Определение массовой доли дифениламина

4.4.1. *Реактивы, приборы, растворы и посуда*

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., раствор с массовой долей 80 %.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х. ч., раствор концентрации $c(\text{NaNO}_2) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.).

Титр раствора устанавливают по сульфаниловой кислоте по ГОСТ 16923 с применением потенциометрического метода титрования.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Потенциометр лабораторный ЭВ-74.

Электроды: индикаторный-платиновый ЭПВ-1 или гладкий платиновый пластинчатый, который перед каждым определением прокаливают, и электрод сравнения — насыщенный каломельный или хлорсеребряный, платиновый электрод перед каждым определением прокаливают.

Мешалка любого типа.

Стакан Н-1(2)—400(600) по ГОСТ 25336.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Секундомер.

Стаканчик СВ-14/8 (19/9) по ГОСТ 25336.

Цилиндр наливной 1(3)—250 по ГОСТ 1770 с ценой деления 2 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4.2. *Проведение анализа*

Около 2,0000 г дифениламина взвешивают, помещают в стакан и растворяют в 150 см³ раствора уксусной кислоты при слабом нагревании. В раствор погружают электроды, присоединяют их к потенциометру и титруют потенциометрически раствором азотистокислового натрия при перемешивании мешалкой.

В начале титрования в течение 5—6 мин в титруемый раствор прибавляют при перемешивании около 90 % всего необходимого для титрования количества раствора, после чего выдерживают 5 мин и измеряют величину потенциала.

Затем продолжают титрование азотистокислым натрием, прибавляя раствор вначале порциями по 0,5 см³, а вблизи точки эквивалентности по 0,1—0,2 см³ и отмечая каждый раз показания прибора через 2 мин после прибавления очередной порции раствора азотистокислового натрия. Когда будет отмечен скачок потенциала, делают еще 2—3 измерения описанным выше способом.

Расход раствора азотистокислового натрия, соответствующий точке эквивалентности, вычисляют методом второй производной.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю дифениламина в техническом продукте (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,0846 \cdot V \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора азотистокислового натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески дифениламина, г;

0,0846 — масса дифениламина, соответствующая 1 см³ раствора азотистокислового натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), г.

С. 4 ГОСТ 194—80

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,6\%$ при доверительной вероятности 0,95.

Полученный результат анализа округляют до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.5. Температуру кристаллизации дифениламина определяют по ГОСТ 18995.5, разд. 1, 2 в приборе Жукова. Перед определением небольшое количество дифениламина сушат в вакуум-эксикаторе над хлористым кальцием до постоянной массы.

4.6. Определение массовой доли анилина

4.6.1. *Реактивы, растворы, аппаратура*

Анилин по ГОСТ 5819 и раствор 0,1 г в 100 см³ этилового спирта.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Бензол по ГОСТ 5955.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

4-диметиламинобензальдегид, ч., раствор с массовой долей 1 % в смеси соляной кислоты со спиртом в соотношении 5:95 по объему (реактив Эрлиха).

Дифениламин по ТУ 6—09—5467.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х.ч., раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³ (1 н.).

2-Нафтол по ТУ 6—09—5418, раствор с массовой долей 1 % в растворе гидроксида натрия концентрации 1 моль/дм³ (1 н.).

Пластика «Силуфол UV-254» 50 × 50 мм.

Колба мерная 2—50—2 и 2—25—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 5 и 0,1 см³.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Бумага для хроматографии по ТУ 13—7308001—778 марки Б или С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Термометры типа ТЛ-2 с ценой деления 1,0 °С и диапазоном измерения от 0 до 100 °С (0—150 °С).

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.6.2. *Определение методом хроматографии на бумаге*

4.6.2.1. *Приготовление контрольного раствора дифениламина, содержащего анилин*

5,00 г дифениламина ч. д. а. взвешивают, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³ и растворяют в этиловом спирте, предварительно нагретом до 30—40 °С, охлаждают до 20—22 °С, добавляют 5 см³ раствора анилина в этиловом спирте, затем объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

4.6.2.2. *Проведение анализа*

Хроматографирование проводят в эксикаторе. Из хроматографической бумаги вырезают круг диаметром, соответствующим диаметру внешней окружности по краю бортов эксикатора. Из центра круга бумаги очерчивают окружность размером 2—2,5 см (стартовая линия) и в ее центре вырезают отверстие радиусом 0,5—0,7 см, в которое вставляют фитиль из фильтровальной бумаги, свернутой конусом. На дно эксикатора ставят стаканчик с проявляющим раствором: смесью нормального бутилового спирта и муравьиной кислоты 1:1.

4.6.2—4.6.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.6.3. Около 5,00 г технического дифениламина взвешивают и помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, растворяют в этиловом спирте, предварительно нагретом до 30—40 °С, охлаждают до 20—22 °С, объем раствора в колбе затем доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Пипеткой вместимостью 0,1 см³ наносят на стартовую линию поочередно анализируемый и контрольный растворы дифениламина. Одновременно можно провести анализ нескольких партий дифениламина.

Хроматограмму кладут на открытый эксикатор так, чтобы нижний конец бумажного конуса был погружен в проявляющий раствор, и закрывают крышкой эксикатора, зажимая края хроматограммы. Хроматографирование ведут до тех пор, пока линия фронта растворителя не подвинется на 5—6 см.

Затем хроматограмму вынимают, сушат на воздухе в течение 5 мин и вносят для диазотирования на 2—3 мин в стакан с притертой крышкой, наполненный окислами азота. Для этого в стакан наливают соляную кислоту слоем около 1 см и добавляют 0,10—0,20 г кристаллического азотистокислого натрия.

После диазотирования для удаления остатков окислов азота хроматограмму в развернутом виде выдерживают 10 мин на воздухе в вытяжном шкафу, а затем опрыскивают из пульверизатора раствором бета-нафтола.

Проба раствора дифениламина высшего сорта не должна давать на хроматограмме зоны розового или желтого цвета с величиной $R_f = 0,80—0,85$, соответствующего анилину. Окраска пятна $R_f = 0,80—0,85$, полученного от анилина, содержащегося в дифенилаmine первого сорта, не должна быть интенсивнее окраски соответствующего пятна, образовавшегося от контрольного раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.6.4. *Определение методом хроматографии в тонком слое*

4.6.4.1. *Приготовление контрольного раствора анилина*

0,0500 г анилина помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и растворяют в ацетоне. Объем раствора в колбе доводят до метки ацетоном и перемешивают.

2,5 см³ полученного раствора переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 25 см³, объем раствора в колбе доводят до метки ацетоном. Массовая доля анилина в контрольном растворе — 0,1 %. Контрольный раствор устойчив в течение 10 сут.

4.6.4.2. *Проведение анализа*

2,5000 г анализируемого дифениламина помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, растворяют в ацетоне, объем раствора в колбе доводят до метки ацетоном и тщательно перемешивают.

На пластинке «Силуфол» при помощи карандаша отмечают места нанесения проб на расстоянии от 1 до 2 см от нижнего края пластинки. На линию старта при помощи пипетки наносят по 0,005 см³ контрольного раствора и раствора анализируемого образца в виде черточки длиной 1 см. Пятна подсушивают на воздухе и помещают пластинку в хроматографическую камеру, используя в качестве подвижной фазы бензол. После двукратного проявления пластинку вынимают, подсушивают на воздухе в течение 1 мин и обрызгивают раствором 4-диметиламинобензальдегида.

Продукт высшего сорта соответствует требованиям настоящего стандарта, если на хроматограмме не появятся зоны желтого цвета с величиной $R_f = 0,15$, соответствующей анилину. Допускается слабая окраска (следы).

Продукт первого сорта соответствует требованиям настоящего стандарта, если окраска пятна с величиной $R_f = 0,15$ не будет интенсивнее окраски соответствующего пятна, образовавшегося в контрольном опыте.

При разногласиях в оценке массовой доли анилина определение проводят методом хроматографии в тонком слое.

4.6.4—4.6.4.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

4.6.4.1, 4.6.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.7—4.7.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

4.8. **Определение массовой доли не растворимых в этиловом спирте примесей**

4.8.1. *Реактивы, растворы, приборы*

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Стакан Н-1(2)—250(400) по ГОСТ 25336.

Термометр типа ТЛ-2 с ценой деления шкалы 1,0 °С и диапазоном измерения 0—100 °С (0—150 °С).

Воронка Бюхнера 3 по ГОСТ 9147 или воронка ВФО-10-ПОР 100 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Фильтр обеззоленный «белая лента» по ТУ 6—09—1678.

Баня водяная.

С. 6 ГОСТ 194—80

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру сушки от 80 до 90 °С.

Стекло часовое.

Цилиндр наливной 1(2, 3, 4)—250 по ГОСТ 1770 с ценой деления 2,0 см³.

4.8.2. Проведение анализа

Около 10,00 г дифениламина помещают в стакан и растворяют в 100 см³ этилового спирта при нагревании на водяной бане от 60 до 65 °С. Горячий раствор фильтруют на воронке Бюхнера под разряжением через обеззоленный фильтр «белая лента», предварительно промытый 50 см³ нагретого от 60 до 65 °С этилового спирта и высушенный при температуре от 80 до 90 °С в стаканчике для взвешивания до постоянной массы. Диаметр фильтра должен быть на 3—4 см больше диаметра воронки. Фильтр вкладывают в воронку в виде «корзиночки». При фильтровании раствора под этот фильтр подкладывают другой фильтр, который не сушат и не взвешивают.

Допускается применять стеклянные фильтры по ГОСТ 25336 типа ПОР 40 или ПОР 100, предварительно высушенные при температуре от 80 до 90 °С до постоянной массы.

Остаток на фильтре промывают 150 см³ этилового спирта, нагретого от 60 до 65 °С, до тех пор, пока после испарения нескольких капель фильтрата на часовом стекле не будет оставаться видимого остатка. Фильтр с осадком помещают в тот же стаканчик для взвешивания и сушат при температуре от 80 до 90 °С до постоянной массы. Остаток взвешивают и результат записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

4.8.3. Обработка результатов

Массовую долю не растворимых в этиловом спирте примесей (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m_2 — масса стаканчика для взвешивания и фильтра с высушенным остатком, г;

m_1 — масса стаканчика для взвешивания и фильтра, г;

m — масса навески дифениламина, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,005 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 1,5$ % при доверительной вероятности 0,95.

Полученный результат анализа округляют до третьего десятичного знака.

4.8.1—4.8.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.9. Определение рН водной вытяжки проводят по ГОСТ 21119.3 из предварительно растертого продукта. Перед определением проверяют рН воды, освобожденной от углекислоты. Если рН воды меньше 6, то ее перегоняют по ГОСТ 4517.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка — по ГОСТ 6732.3.

Дифениламин в виде чешуек и кристаллов упаковывают в картонные навивные барабаны по ГОСТ 17065 (типы I и II) вместимостью 36—52, 76 и 100 дм³ с полиэтиленовым мешком-вкладышем, мешки полиэтиленовые № 10 по ГОСТ 17811 из пленки толщиной (0,19±0,03) мм, вложенные в 4—5-слойные бумажные мешки по ГОСТ 2226.

Масса продукта в мешках — (25,0 ± 0,5) кг. По согласованию с потребителем допускается масса продукта (30,0 ± 0,5) кг.

Груз транспортируют в непакетированном виде с погрузкой и выгрузкой на подъездных путях грузоотправителя (грузополучателя).

5.2. Маркировка дифениламина — по ГОСТ 6732.4 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6 б, классификационный шифр 6163), серийный номер ООН 2811.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3. При поставке продукта на экспорт упаковка и маркировка должны соответствовать заказу-наряду Внешнеторгового объединения.

5.4. Транспортирование — по ГОСТ 6732.5. По железной дороге технический дифениламин транспортируют повагонно в крытых вагонах по правилам, установленным для дифенилгуанидина.

Расплав продукта транспортируют в специальных цистернах грузоотправителя (грузополучателя) в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на железной дороге.

Степень заполнения цистерн — не более 96 %.

5.5. Дифениламин хранят в закрытой таре в упаковке изготовителя, плав — в упаковке потребителя в крытых складских помещениях. Не допускается хранить готовый продукт вблизи отопительных батарей и под действием прямых солнечных лучей.

5.4, 5.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие дифениламина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.2. Гарантийный срок хранения дифениламина — 12 мес со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.10.80 № 5072
3. ВЗАМЕН ГОСТ 194—68
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	2.2
ГОСТ 61—75	4.4.1
ГОСТ 1770—74	4.4.1; 4.6.1; 4.8.1
ГОСТ 2226—88	5.1
ГОСТ 2603—79	4.6.1
ГОСТ 3118—77	4.6.1
ГОСТ 4197—74	4.4.1; 4.6.1
ГОСТ 4328—77	4.6.1
ГОСТ 4517—87	4.9
ГОСТ 5819—78	4.6.1
ГОСТ 5848—73	4.6.1
ГОСТ 5955—75	4.6.1
ГОСТ 6006—78	4.6.1
ГОСТ 6709—72	4.4.1; 4.6.1
ГОСТ 6732.1—89	3.1
ГОСТ 6732.2—89	4.1
ГОСТ 6732.3—89	5.1
ГОСТ 6732.4—89	5.2
ГОСТ 6732.5—89	5.4
ГОСТ 9147—80	4.8.1
ГОСТ 12026—76	4.6.1
ГОСТ 16923—83	4.4.1
ГОСТ 17065—94	5.1
ГОСТ 17811—78	5.1
ГОСТ 18300—87	4.6.1; 4.8.1
ГОСТ 18995.5—73	4.5
ГОСТ 19433—88	5.2
ГОСТ 21119.3—91	4.9
ГОСТ 25336—82	4.4.1; 4.6.1; 4.8.1; 4.8.2
ГОСТ 27025—86	4.1a
ТУ 6—09—1678—86	4.8.1
ТУ 6—09—5418—88	4.6.1
ТУ 6—09—5467—90	4.6.1
ТУ 13—7308001—778—89	4.6.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.04.91 № 510
6. ИЗДАНИЕ (сентябрь 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1985 г., апреле 1991 г. (ИУС 3—86, 7—91)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *О.В. Арсеевой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 27.08.2001. Подписано в печать 08.10.2001. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,95.
Тираж 203 экз. С 2263. Зак. 948.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102