

ОКП 26 3613 027I 05

УДК 544.233.88-41  
Группа Л 52

УТВЕРЖДЕНО  
организацией  
" 25 " 10 1989 г.

СОГЛАСОВАНО  
с потребителем  
" 11 " 08 1989 г.  
с базовой организацией  
по стандартизации  
" 23 " 10 1989 г.



ДИЭТИЛАМИН  
чистый

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ  
ТУ 6-09-68-89

Срок введения с 1.01.90 г.

Руководитель Госприёмки  
" 24 " 07 1989 г.

1989

№ 299786 Ром 40.02.02  
ЗАРЕГИСТРИР ЕАНО  
№ 009/000178  
Бюро - научный центр  
стандартизации и метрологии  
10 декабря 1989 г.  
Полиграфия

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 $\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{NH} \\   \\ \text{CH}_3-\text{CH}_2- \end{array}$

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.1. 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 $/C_4H_{11}N/$ , %	5	По ГОСТ I4871-76
2. Массовая доля основного вещества $/C_4H_{11}N/$ , %, не менее	99,0	По п. 4.1.
3. Плотность $\rho$ при $20^{\circ}\text{C}$ , г/см <sup>3</sup>	0,702-0,706	По ГОСТ I8995.I-73 раздел I.
4. Массовая доля нелетучих веществ, %, не более	0,02	По п. 4.2.

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. 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<sup>3</sup>. Диэтиламин по токсичности относится к четвёртому классу опасности /ГОСТ 12.1.005/. /6/.

2.2. Диэтиламин - легковоспламеняющаяся жидкость.

Температура воспламенения - 26°C.

Температура самовоспламенения 490°C.

Область воспламенения 2,4-14,9 % объёмных.

Температурные пределы воспламенения:

нижний - 26°C

верхний 80°C /7/

2.3. Для тушения горящего диэтиламина применять химическую пенную, тонкораспылённую воду, воздушно-механическую пенную, высокократную пенную 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 разливе 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 складание, промстоки - на станцию нейтрализации, затем на биологическую очистку.

### 3. ПРАВИЛА ПРИЁМКИ

3.1. 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

Марка	Проверка	Марка	Проверка	Марка	Проверка

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 отобранный пробы должна быть не менее 500 г.

#### 4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

##### 4.1. Определение массовой доли основного вещества

Массовую долю основного вещества определяют методом газо-жидкостной хроматографии

###### 4.1.1. Аппаратура и реактивы

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

Колонки хроматографические:

колонка № 1 - 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"/.

Микроприц типа МШ-10 или МШ-10 М.

Гелий газообразный по ТУ 51-940, 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 № 1.

Полихром-І по ТУ 6-09-3603 , фракция 0,250-0,315 мм или 0,315-0,400 мм - твёрдый носитель для хроматографии /для колонки № 1/.

Полиэтиленгликоль с молекулярной массой 20000 - /ПЭГ-20M/ - жидккая фаза для колонки № 1.

Полиэтиленимин с молекулярной массой от 3000 до 10000 - жидкая фаза для колонки № 2.

Целит 545, или хромосорб / , или полихром-І, фракция 0,250-0,315 мм - твёрдые носители для хроматографии /для колонки № 2/.

Фаза неподвижная - аналогичная тритону Х - 305 или сапалу - II. Хлороформ технический по ГОСТ 20015, высший сорт.

###### 4.1.2. Подготовка к анализу

Насадку для хроматографической колонки № 1 готовят следующим образом. Товарную партию полихрома-І рассеивают на стандартных ситах, отбирая фракцию 0,250-0,315 или 0,315-0,400 мм. Взвешивают 40 см<sup>3</sup> порошка полихрома-І. Навеску ПЭГ-20M в количестве 10 % от массы твёрдого носителя растворяют в 70 см<sup>3</sup> хлороформа в выпарительной чашке, куда затем всыпают полихром-І. Чашку помещают на водянную баню, нагретую до 60°C, и испаряют растворитель при непрерывном

Инн. № по таб.	Ном. № Исп. № Атт.	Подп. и дата

Исп. №	Прикт	Ном. № Исп. №	Словоиск	Лата

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<sup>3</sup> целита-545 или любого другого избранного твёрдого носителя. Навеску полиэтиленимина в количестве 1,5-2,0 % от массы твёрдого носителя растворяют в 60 см<sup>3</sup> метанола в выпарительной чашке, куда затем всыпают твёрдый носитель. Чашку помещают на водянную баню, нагретую до 60-70°C, 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 100-120°C в течение 1 часа, периодически перемешивая. Далее к твёрдому носителю, пропитанному полиэтиленимином, приливают раствор, состоящий из расчёта 25 % тритона X-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<sup>3</sup>/мин в течение 2-х часов при температуре 100°C. Каждую колонку проверяют на разделительную способность с помощью искусственной смеси, состоящей из этилового эфира,mono-, ди-, и триэтиламинов, ацетонитрила, метанола, этанола и воды.

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

Искусственные 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.

#### 4.1.3. Проведение анализа

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

температура колонки  $70^{\circ}\text{C}$ ;  
 температура испарителя  $140^{\circ}\text{C}$ ;  
 температура детектора  $120^{\circ}\text{C}$ ;  
 расход газа-носителя  $30 \text{ см}^3/\text{мин}$  ;  
 ток детектора  $140 \text{ mA}$ ;  
 скорость движения диагностической ленты  $360 \text{ мм/ч}$  ;  
 объём вводимой пробы  $2,0\text{--}3,0 \text{ мм}^3$ .

После того, как хроматограф выйдет на заданный режим, каждую пробу анализируемого вещества с добавками стандартов вводят с помощью микроширица 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	Калибровочный 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	Калибровочный коэффициент К
воздух	0,09	-
моноэтиламин	0,24	0,8
нейдентифицированное вещество	0,28	1,0
нейдентифицированное 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 15 минут, на колонке № 2 40 минут.

#### 4.1.4. 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

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{cm}}{m_{ct} \cdot S_l}, \quad /1/$$

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,  $\text{мм}^2$ ;

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

Для неидентифицированных примесей градуировочный коэффициент  $K_i$  принимают равным 1.

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,  $\text{мм}^2$ ;

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

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

$m$  – масса навески препарата, г.

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

$$X = 100 - \sum X_i - 100 \quad /3/$$

где  $\sum X_i$  – сумма массовых долей примесей, определенных на колонке № 2, %;

Инв. №	пол.	Полн. и дата	Взам. инв. №	Лист	№ докум.

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<sup>3</sup>/.

### 5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. 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 /смесь парафина с полиэтиленом, ацетилцеллулозной смесью и др./, бутылки обвязывают полиэтиленовой пленкой.

Группа фасовки: У, УІ, УІІ.

5.2. В качестве транспортной тары для бутылей используют ящики деревянные № I-2 тип У-І, №3-2 тип У-І, изготовленные в соответствии с ГОСТ 18573, или ящики неразборные из древесноволокнистой плиты или дерева тип III-І - для потребительской тары З-І, З-5, З-6, изготовлены по ГОСТ 18573 или ГОСТ 5959.

5.3. Транспортная маркировка - в соответствии с ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков № I "Осторожно, хрупкое!", № II "Верх, не кантовать" и знаков опасности по ГОСТ 19433, класс 3, подкласс 3.I., дополнительно 6.I., черт.6б, классификационный шифр 315I, серийный номер ООН 1154.

5.4. Препарат транспортируют железнодорожным транспортом в соответствии с "Правилами перевозки грузов", изд. "Транспорт", 1987 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

6.1. 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.

№ поз.	Полн. наим.	Взам.	Исп. № Инв. №	Ном. и дата

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 258-81/

Маркировка грузов.

ГОСТ I487I-76 \*  
/СТ СЭВ I696-79/

Реактивы. Методы определения цветности  
жидких химических реагентов и растворов  
реактивов.

ГОСТ I8573-86

Ящики деревянные для продукции химиче-  
ской промышленности.

ГОСТ I8995.I-73 \*  
/СТ СЭВ I504-79/

Продукты химические жидкие.  
Методы определения плотности.

ГОСТ I9433-88

Грузы опасные. Классификация. Знаки  
опасности.

ГОСТ 20015-88

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.

Лист №	Номер	Бланк, инв. №	Изм. №	Лист	Номер	Изм. №	Лист

Изм.	Лист	№ листа	Полинкс	Дата

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-І.

ТУ 51-940-80

Гелий газообразный.

Исполнитель-инженер  
стандартизации

*Бабушина!*

В.М.Бабушкина

Лист №	Лист №	Лист №	Лист №


ТУ 6-09- 68-89

Лист  
II

ОКП 26 3613 027I 05

УДК 547-4I

Группа Л 52

Зарегистрировано в ВСЦСМ

" " 1991 г.

за №



Заместитель начальника  
Всесоюзного центра  
стандартов  
В.С. Базакин  
"10" 1991 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № 2

ТУ 6-09-68-89

диэтиламин

чистый

дата введения 01.08.92

СОГЛАСОВАНО

Зам.директора  
ВНИИСВ

Е.П.Краснов  
" " 11 1991 г.  
777-47-756/12

Всесоюзная Федерация  
профсоюзов работников  
химических отраслей  
промышленности

письмо № 30-5244  
" 16 " 1991 г.

Секретарь Аксенов

Главный инженер Ангарского  
завода химреактивов  
Г.Д.Дисс  
" 10 " 11 1991 г.

Зам.главного инженера  
по новой технике -  
начальник ЦЗЛ

" 11 " 11 1991 г.  
В.Н.Платонова

Зам.директора по качеству -  
начальник ОТК

" 14 " 11 1991 г.  
Л.Л.Чуркина

" 15 " 11 1991 г.

Начальник ПТО

" 15 " 11 1991 г.  
Г.И.Волошкин

Начальник сектора  
стандартизации

" 15 " 11 1991 г.  
Е.М.Акимова

1991

Раздел, пункт !	Содержание изменения
-----------------	----------------------

Раздел 2

Дополнить пунктом 2.9.

"2.9. Охрана природы

2.9.1. 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	Головкин
Фамилия	Иван Ильинич
Имя	Илья
Отчество	Григорьевич

Исполнитель-инженер  
стандартизации

В.М.Бабушкина

Исполнитель	Головкин
Фамилия	Иван Ильинич
Имя	Илья
Отчество	Григорьевич

ТУ 6-09-68-89 Изменение № 2

Лист 2