

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

ОАО «ВОЛЖСКИЙ ОРГСИНТЕЗ»

СТАНДАРТ ОРГАНИЗАЦИИ
Standards of organization



СТО 00204168-001-2008

N-МЕТИЛАНИЛИН ТЕХНИЧЕСКИЙ УЛУЧШЕННЫЙ

Технические условия

N-METHYLANILINE
Specifications

2008

г. Волжский, Волгоградская обл.



Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН

ОАО «Волжский Оргсинтез»

404117, Россия, Волгоградская обл., г. Волжский, ул. Александрова, 100

Факс: (8443)25-74-44 # E-mail: mail@zos-v.ru, www.zos-v.ru

Контактный телефон: (8443) 22-58-51

2 СОГЛАСОВАН

ОАО «ВНИИ НП» (письмо исх. №23/44-2798 от 06.09.2007 г.).

ООО «РН-Комсомольский НПЗ» (письмо исх. №14/7337 от 04.10.2007 г.).

ООО «Серпуховская Топливная Компания» (письмо исх. № 229 от 05.10.2007 г.).

ОАО «Ачинский нефтеперерабатывающий завод Восточной нефтяной компании» (письмо исх. №202/4228 от 08.10.2007 г.).

ОАО «Хабаровский НПЗ» НК «Альянс» (письмо исх. № 34 от 11.10.2007 г.).

ОАО «Ангарская нефтехимическая компания» (письмо исх. № 227-к-20374 от 16.10.2007 г.).

ООО «Экспертный Центр вагоностроения» (экспертное заключение № 53601-08/ЭЦ от 23.04.2008 г.).

Управлением инфраструктуры и перевозок Федерального агентства железнодорожного транспорта (РОСЖЕЛДОР) (письмо исх. № УИП-3/818-ш от 03.07.2008 г.)

Департаментом коммерческой работы в сфере грузовых перевозок ОАО «РЖД» (письмо исх. № ЦМЭ-5/ 85 от 22.07.2008 г.)

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ

Приказом Генерального директора ОАО «Волжский Оргсинтез» от 16 июля 2008 г. № 518 с **25.07.2008 г.**

4 В стандарте реализованы:

- глава 3 Федерального закона от 27 декабря 2002 года № 184 - ФЗ «О техническом регулировании»;
- положения ГОСТ Р 1.4-2004. Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организаций. Общие положения (за исключением п.4.15 и п.4.12, которые реализованы не в полном объеме);
- положения серии ГОСТ Р ИСО 5725 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».
- положения Соглашения о международном железнодорожном грузовом сообщении (СМГС);
- положения Европейского соглашения о международной дорожной перевозке опасных грузов (ДОПОГ).

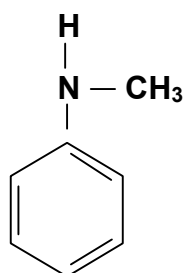
5 ВВЕДЕН

Взамен ТУ 2471-269-00204168-96 «N-метиланилин технический. Технические условия».

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ с Изменением № 1 от 24.10.2012 г.

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, размножен или распространен без разрешения ОАО «Волжский Оргсинтез».

Идентификаторами подлинности стандарта являются номера учетной регистрации и/или штамп ОАО «Волжский Оргсинтез».



N – метиланилин технический улучшенный

Синонимы: N - монометиланилин. N - метилфениламин. N – фенилметиламин. N – метилбензоламин. (Метиламино)бензол.

IUPAC name # N-methylaniline / N–метиланилин

CAS # 100-61-8

RTECS # BY4550000

EINECS # 202-870-9

UN /OOH # 2294

ICSC CARD # 0921

Относительная молекулярная масса # 107,15

Назначение и область применения

Антидетонационная добавка к автомобильным бензинам. Используется в производстве автомобильных бензинов с целью получения необходимой детонационной стойкости бензина и корректировки октанового числа, в том числе и при производстве экологически чистых бензинов.

Является основным компонентом многофункциональных октаноповышающих добавок к автомобильным бензинам.

1 Техническая характеристика продукта

1.1 Выпускная форма: маслянистая прозрачная жидкость со стойким выраженным запахом ароматических аминсоединений.

1.2 Физико-химические показатели соответствуют нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Значение показателя	Методика выполнения измерения
1 Массовая доля N-метиланилина, %	$\geq 98,0$	Приложение А
2 Массовая доля анилина, %	$\leq 0,3$	Приложение Б
3 Массовая доля N,N-диметиланилина, %	$\leq 1,6$	
4 Массовая доля воды, %	$\leq 0,1$	п.2 ГОСТ 14870 Приложение В
5 Цветность (D)	$\leq 0,100$	Приложение Г

1.3 При добавлении 1,5 % масс. N-метиланилина октановое число смеси изооктана и нормального гептана, взятых в соотношении (70:30) по объему, возрастает не менее чем на 6 единиц.

1.4 По требованию приобретателя в продукт могут добавляться присадки с антиокислительными, моющими или антикоррозионными свойствами. Наименование и количественное содержание присадок указывается в сертификате качества.

1.5 Срок годности при соблюдении условий хранения – 6 месяцев со дня изготовления.

2 Упаковка, маркировка

2.1 Упаковка

2.1.1 Контейнеры КСГМГ 1000МСК(1000МК) для перевозки опасных жидкостей по ТУ 2297-020-17152852-01.

Контейнер состоит из стального сварного каркаса и жесткой пластмассовой внутренней емкости с сервисным оборудованием, вместимостью (950 ± 20) дм³. Кодовое обозначение контейнера по международной классификации – 31НА1.

Степень заполнения контейнеров – не более 94 %.



2.2 Маркировка

2.2.1 Маркировка наносится на ярлык типографским или другим способом в соответствии с ГОСТ 14192. Переменные данные заполняются при формировании партии продукта.

Возможен другой способ нанесения маркировки на контейнеры.



2.2.2 В состав маркировки включается следующая обязательная информация:

- идентификационные данные предприятия-изготовителя (наименование предприятия и его логотип, юридический адрес, включая наименование страны, телефон, факс);
- идентификационные данные продукта (наименование продукта, обозначение документа);
- сведения о продукте (целевое назначение, основные потребительские свойства; срок годности);
- реквизиты партии (номер партии, дата изготовления, масса нетто упаковочного места);
- знак опасности груза  («Яд») по ГОСТ 19433 (черт. 6а) и классификационный шифр 6113, номер опасного груза по классификации ООН # 2294;
- манипуляционный знак  («Герметичная упаковка») по ГОСТ 14192 (рис. В.7).

По требованию приобретателя или иным причинам возможно включение дополнительной информации.

3 Требования безопасности

3.1 N-метиланилин по степени воздействия на организм относится к веществам высокоопасным – 2 класс по ГОСТ 12.1.007.

Метгемоглобинообразователь. Вызывает отравление при вдыхании высоких концентраций паров, проглатывании или всасывании через кожу. Эффекты воздействия могут проявиться не сразу.

Продукт проникает через неповрежденную кожу, оказывая общетоксическое действие. Раздражает слизистые оболочки глаз. Может вызвать аллергическую реакцию на коже при повторных контактах.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны составляет 0,2 мг/м³ [1].

Предельно допустимая концентрация в атмосферном воздухе населенных мест на N-метиланилин составляет 0,04 мг/м³ (3 класс опасности, лимитирующий показатель вредности - рефлексорное действие) [2].

Предельно допустимая концентрация в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования на N-метиланилин составляет 0,3 мг/л (2 класс опасности, лимитирующий показатель вредности – органический запах) [3].

3.2 N-метиланилин – горючая жидкость. При температуре выше 80 °С пары могут образовывать с воздухом взрывоопасные смеси.

Рекомендуемые средства тушения: воздушно-механическая пена, порошок, двуокись углерода, тонкораспыленная вода. Не рекомендуется тушить компактными струями воды, водой со смачивателями, водно-щелочными растворами.

3.3 При работе с N-метиланилином необходимо использовать защитную одежду и обувь (костюм х/б, резиновые сапоги или кожаные ботинки), герметичные очки, резиновые перчатки или прорезиненные рукавицы. В аварийных ситуациях и при проливах – фильтрующий противогаз с фильтром ДОТTM.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4 При несоблюдении правил обращения, хранения и транспортирования, неорганизованного размещения, захоронения или сжигания отходов, а также в результате чрезвычайных ситуаций (ЧС) N-метиланилин загрязняет атмосферный воздух, оказывает вредное воздействие на водные организмы.

3.5 Подробное описание видов возможного опасного воздействия на человека и окружающую среду, условий их возникновения, оказание первой помощи, меры по предотвращению и ликвидации ЧС, средства защиты персонала и другие сведения, необходимые при обращении с продуктом, приведены в паспорте безопасности, аварийных картах и международной информационной карточке безопасности (ICSC # 0921).

4 Транспортирование

4.1 N-метиланилин транспортируется всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на каждом виде транспорта.

4.2 N-метиланилин по железной дороге транспортируется:

- в специализированных железнодорожных вагонах-цистернах грузоотправителя (грузополучателя) или арендованных из углеродистой стали или алюминиевых герметично закрытых с верхним сливом в соответствии с «Правилами перевозок железнодорожным транспортом грузов наливом в вагонах-цистернах и вагонах бункерного типа для перевозки нефтебитума» [4];

- в сертифицированных специализированных контейнерах-цистернах грузоотправителя (грузополучателя) или арендованных из углеродистой стали или алюминиевых без нижнего слива по ГОСТ 31314.3 (ИСО 1496.3) или СК-5Ц по ГОСТ 30302 в соответствии с «Правилами перевозок опасных грузов по железным дорогам» [5] и «Техническими условиями размещения и крепления грузов в вагонах и контейнерах» [6].



- в сертифицированных переносных цистернах типа Т4 по [7] грузоотправителя (грузополучателя) или арендованных из углеродистой стали или алюминиевых в соответствии с «Правилами перевозок опасных грузов по железным дорогам» [5] и «Техническими условиями размещения и крепления грузов в вагонах и контейнерах» [6].

Возможна перевозка N- метиланилина в сертифицированных контейнерах-цистернах и переносных цистернах других типов, имеющих более высокое минимальное испытательное давление и большую толщину стенки котла, а также более строгие требования в отношении отверстий, расположенных ниже уровня жидкости, и устройств для сброса давления.

Налив (слив) продукта производится в специально оборудованных местах грузоотправителя (грузополучателя) на путях необщего пользования.

Уровень заполнения цистерн – не более 94 %.

Транспортное наименование груза – N-МЕТИЛАНИЛИН, номер опасного груза по классификации ООН # 2294, опасный груз 6 класса (подкласс 6.1, классификационный шифр 6113) в соответствии с классификацией ГОСТ 19433 и Типовых правил Рекомендаций ООН по перевозке опасных грузов.

4.3 В международном железнодорожном сообщении N-метиланилин перевозится в соответствии с Правилами перевозки опасных грузов к СМГС [7] (код Гармонизированной номенклатуры грузов ГНГ-292142, классификационный код Т1, подкласс 6.1, код опасности груза 60 (ядовитое вещество), группа упаковки III (вещество с низкой степенью опасности), аварийная карта номер 608).

N-метиланилин транспортируется в специализированных железнодорожных вагонах-цистернах или переносных цистернах грузоотправителя (грузополучателя) или арендованных, отвечающих положениям Приложения 2 к СМГС.

4.4 Транспортирование N-метиланилина дорожным грузовым транспортом осуществляется:

- во встроенных цистернах (автоцистернах типа бензовозов, нефтевозов);
- автотранспортом в контейнерах КСГМГ 1000МСК(1000МК) для перевозки опасных жидкостей.

Транспортирование N-метиланилина дорожным грузовым транспортом осуществляется в соответствии с «Правилами перевозок грузов автомобильным транспортом» [8] и ДОПОГ [9].

Идентификационный номер опасности груза 60, транспортная категория опасного груза по [9] – 2.

При перевозке продукта запрещен проезд через туннели категории Е.

4.5 Маркировка цистерн осуществляется в соответствии с положениями, распространяющимися на каждый конкретный вид транспортного средства (транспортной тары).

Маркировка железнодорожных вагонов-цистерн и контейнеров-цистерн осуществляется в соответствии с положениями [4] и [5], а автоцистерн в соответствии с положениями [9] с указанием номера ООН 2294 и кода опасности 60, нанесением знака опасности «Яд» по ГОСТ 19433 (черт. 6а) и знака «Герметичная упаковка» по ГОСТ 14192 (рис. В.7).

4.4, 4.5 (Измененная редакция, Изм. № 1).

5 Хранение

5.1 Хранение N-метиланилина производится производителем/приобретателем продукта.

N-метиланилин рекомендуется хранить в герметичных стальных емкостях под азотной «подушкой» на открытых площадках или в крытых прохладных помещениях оборудованных общей приточно-вытяжной вентиляцией. Температура продукта при хранении не должна превышать 40 °С.

При хранении продукта без «азотной подушки» под воздействием кислорода воздуха возможно изменение цвета от желтоватого до светло-коричневого.

На открытых площадках рекомендуется использовать емкости типа стационарных стальных резервуаров для хранения нефти и нефтепродуктов.

Уровень заполнения резервуаров – не более 94 %.

5.2 Не допускается хранение с сильными окислителями, сильными кислотами, щелочами, продуктами питания, другими предметами потребления, кормами для животных.

5.3 Гарантийный срок хранения – 6 месяцев со дня изготовления.

6 Правила приемки продукции

6.1 N-метиланилин принимают партиями.

Партией считают любое количество однородного по качеству продукта, оформленное одним документом о качестве (сертификатом). Сертификат о качестве заверяется штампом ОТК.

При отгрузке продукта в цистернах (контейнерах-цистернах) партией считают содержимое каждого транспортного средства.

(Измененная редакция, Изм. № 1).



6.2 N-метиланилин подвергается приемо-сдаточным и квалификационным испытаниям.

Приемо-сдаточные испытания проходит каждая партия продукции. В объем приемо-сдаточных испытаний включается определение показателей, указанных в таблице 1.

Квалификационные испытания проводятся при постановке продукции на производство, замене нормативного документа на продукт и изменении технологии его получения. При квалификационных испытаниях определяется возрастание октанового числа при добавлении N-метиланилина.

6.3 Для проверки соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта, пробы отбирают из каждой транспортной единицы.

При поставке продукта в составных контейнерах пробы отбирают не менее чем из трех, если партия состоит менее чем из 20 упаковочных единиц.

6.4 При получении неудовлетворительных результатов испытания хотя бы по одному из показателей, проводят повторное испытание вновь отобранной пробы, взятой в удвоенном объеме из той же партии.

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

6.5 Отбор проб осуществляют по ГОСТ 6732.2 из транспортных средств металлическими пробоотборниками или при помощи закрытых металлических банок (цилиндров) с крышками или колпачками, имеющими конструкцию для взятия проб из любых слоев емкости, из составных контейнеров – стеклянной трубкой с оттянутым концом. Банки (цилиндры) должны иметь длину ручек, позволяющую осуществлять отбор проб с нижнего слоя емкости.

Точечные пробы отбирают из трех слоев. Объем средней пробы - не менее 250 см³.

Допускается при приеме продукта потребителем отбор проб осуществлять по ГОСТ 2517.

6.3-6.5 (Измененная редакция, Изм. № 1).

6.6 Свойство N-метиланилина повышать октановое число бензина не менее чем на 6 единиц подтверждается протоколом квалификационных испытаний и гарантируется технологией получения продукта.

6.7 Количественное содержание каждой присадки, указанное в сертификате качества, гарантируется технологическим процессом и подтверждается результатами операционного контроля.

7 Методы испытаний

7.1 Приемо-сдаточные испытания проводятся по методикам, указанным в таблице 1 стандарта.

Возможно использование альтернативных методик, средств измерения и аппаратуры, позволяющих воспроизводить метрологические характеристики, приведенные в стандарте, а так же применение других материалов и реактивов, не уступающих по своим свойствам указанным.

При оснащении хроматографа персональным компьютером, обработка хроматограмм проводится с помощью установленной программы.

Арбитражными являются методики настоящего стандарта, за исключением определения массовой доли воды.

При определении массовой доли воды арбитражной является методика, приведенная в пункте 2 ГОСТ 14870. Масса навески пробы, при использовании данной методики, составляет от 1,0000 до 5,0000 г.

7.2 Возрастание октанового числа смеси изооктана и нормального гептана, взятых в соотношении (70:30) по объему, при добавлении 1,5 % масс. N-метиланилина определяется по ГОСТ 511.

7.3 Определение массовой доли присадки (присадок) осуществляется по внутренней методике предприятия.

7.4 Контроль качества результатов измерений производится в соответствии с рекомендациями МИ 2335 или РМГ 76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.5 Условия выполнения измерений:

- температура.....	от +15 °С до +25 °С;
- относительная влажность воздуха.....	не более 80 %;
- атмосферное давление.....	от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.)
Напряжение питания электросети.....	220 ⁺²⁰ ₋₃₃ В
Частота переменного тока.....	(50±1) Гц

7.6 Измерения выполняются лаборантом химического анализа, имеющим квалификацию не ниже 4 разряда.

(Измененная редакция, Изм. № 1).





Приложение А (обязательное)

Определение массовой доли N-метиланилина*

А.1 Приписанные характеристики погрешности измерений и диапазон измерений

Приписанные характеристики погрешности измерений методики для уровня вероятности $P = 0,95$ и диапазон измерений указаны в таблице А.1.

Таблица А.1

Наименование показателя	Диапазон измерений, %	Относительная величина	
		Показателя точности $\pm \delta$, %	Предела воспроиз- водимости $R_{отн.}$, %, $m = 2$
Массовая доля N- метиланилина	От 94,0 до 99,5 включ.	0,3	0,4

А.2 Сущность метода

Массовую долю N-метиланилина определяют косвенным методом, основанным на вычитании из 100 % суммы массовых долей органических примесей и воды, определяемых газохроматографическим методом.

А.3 Выполнение измерений

Проводятся измерения массовых долей анилина, N,N-диметиланилина и не идентифицированных примесей газохроматографическим методом с помощью пламенно-ионизационного детектора и массовой доли воды газохроматографическим методом с помощью детектора по теплопроводности или методом Фишера по ГОСТ 14870 (раздел 2).

А.4 Обработка результатов измерений

Массовую долю N-метиланилина X , %, вычисляют по формуле (А.1)

$$X = 100 - \left(\sum Y_i + Z \right), \quad (\text{А.1})$$

где $\sum Y_i$ – сумма массовых долей анилина, N,N-диметиланилина и не идентифицированных примесей, % (определяют по приложению Б);

Z – массовая доля воды, % (определяют по приложению В или ГОСТ 14870 (раздел 2));

А.5 Оформление результатов измерений

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде (А.2)

$$(X \pm 0,01\delta) \% \text{ при } P = 0,95 \quad (\text{А.2})$$

где X – массовая доля N-метиланилина, %;

δ – относительное значение показателя точности (см. таблицу А.1), %.

Результат измерений округляют до одной значащей цифры после запятой.



* При добавлении в продукт присадок расчёт массовой доли N-метиланилина проводится без учёта их содержания
(Измененная редакция, Изм. № 1)



Приложение Б (обязательное)

Определение массовой доли органических примесей

Б.1 Приписанные характеристики погрешности измерений и диапазон измерений

Приписанные характеристики погрешности измерений методики для уровня вероятности $P = 0,95$ и диапазон измерений указаны в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Наименование показателя	Диапазон измерений, %	Относительная величина		
		Показателя точности $\pm\delta$, %	Предела повторяемости $r_{отн.}$, %, $n = 2$	Предела воспроизводимости $R_{отн.}$, %, $m = 2$
Массовая доля анилина	От 0,10 до 1,00 включ.	22	17	29
Массовая доля N,N-диметиланилина	От 0,10 до 5,00 включ.	22	9	31

Б.2 Сущность метода

Метод основан на газохроматографическом разделении органических примесей и основного компонента на насадочной колонке, их регистрации с помощью пламенно-ионизационного детектора и обработке результатов по методу внутреннего эталона.

Б.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Б.3.1 Средства измерений

Хроматограф газовый типа «Цвет 500М» с пламенно-ионизационным детектором и с СКО выходного сигнала $\pm 2\%$.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, класса точности II с максимальной нагрузкой 210 г., поверочным делением 0,5 мг.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, класса точности III с максимальной нагрузкой 500 г., поверочным делением 0,1 г.

Набор (1 г-100 г) F_1 ГОСТ OIML R 111-1.

Линейка 300 ГОСТ 427.

Лупа ЛИ 3-10 ГОСТ 25706.

Микрошприц вместимостью 10 мкл.

Цилиндр 1-10-2 ГОСТ 1770.

Секундомер механический по ТУ 25-1894.003.

Б.3.2 Вспомогательное оборудование

Генератор водорода, вырабатывающий водород с объемной долей основного вещества в пересчете на сухой газ, не менее 99,99 %.

Колонка хроматографическая стеклянная или металлическая длиной 2(3) м и внутренним диаметром 2(3) мм.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры $(80 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Чашка выпарительная 5 ГОСТ 9147.

Стаканчик СВ-24/10 ГОСТ 25336.

Флакон пенициллиновый с пробкой, объемом 10 см³.

Стаканы В-1(2)-100(250) ТХС ГОСТ 25336.

Капельница 2-25 ХС ГОСТ 25336.

Б.3.3 Реактивы и материалы

Анилин технический по СТО 00204168-006-2009.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Внутренний эталон: спирт бензиловый по ГОСТ 8751, ч.

Газ-носитель: азот газообразный технический по ГОСТ 9293.

N, N-диметиланилин по ГОСТ 5855, ч.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Хлороформ по ГОСТ 20015, х. ч.

Фаза неподвижная жидкая: апиезон L, производство Германия.

Носитель твердый: хроматон N-AW-DMCS, фракция от 0,16 до 0,25 мм.

Б.3.1 – Б.3.3 (Измененная редакция, Изм. № 1).

Б.4 Подготовка к измерению

Б.4.1 Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим осуществляют в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Б.4.2 Приготовление насадки

15,0 г хроматона N-AW-DMCS помещают в выпарительную чашку, добавляют раствор KOH (0,15 г в 80 см³ метанола) нагревают на водяной бане при температуре от 70 °С до 80 °С при непрерывном перемешивании до полного удаления метанола. Затем насадку заливают раствором апиезона L (2,5 г апиезона L в 80 см³ хлороформа) и добавляют в выпарительную чашку с твердым носителем. Удаляют хлороформ так же, как метанол, пока насадка не станет сыпучей.

П р и м е ч а н и е – Допускается использовать насадку для хроматографической колонки, приготовленную без предварительной обработки хроматона N-AW-DMCS щелочью. Условия проведения анализа должны обеспечить разделение компонентов пробы аналогичное приведенному на рис. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Б.4.3 Подготовка колонки

Колонку заполняют подготовленной насадкой, помещают, не подсоединяя к детектору, в термостат хроматографа, продувают током азота в течение от 3 до 5 часов при температуре 170 °С. Затем колонку охлаждают, подсоединяют к детектору и выводят хроматограф на рабочий режим.

Б.4.4 Установление градуировочных характеристик

Режим работы хроматографа
Температура термостата колонок, °С..... 130 -150
Температура испарителя, °С230
Скорость потока газа-носителя, см³/мин 30-40
Скорость потока водорода, см³/мин30-40
Скорость потока воздуха, см³/мин300-350
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч.....240
Объем вводимой пробы, мкл.....1-2
Установление градуировочных характеристик осуществляют по трем или более искусственным смесям.

Искусственные смеси готовят следующим образом.

В стаканчик для взвешивания (или пенициллиновый флакон) берут навески анилина, N,N- диметиланилина и бензилового спирта (внутренний эталон) от 0,0050 до 0,3200 г и растворяют в 8 см³ этилового спирта.

П р и м е ч а н и е – При наличии N- метиланилина, в котором отсутствуют определяемые примеси, градуировочные смеси готовят на его основе.



Каждую градуировочную смесь хроматографируют не менее 3-х раз.

Во всех полученных хроматограммах вычисляют площади пиков как произведение высоты пика на его ширину, измеренную с помощью лупы на половине высоты.

Градуировочный коэффициент K_i определяемого компонента вычисляют по формуле (Б.1)

$$K_i = \frac{S_{эм} \cdot m_i}{S_i \cdot m_{эм}}, \quad (Б.1)$$

где $S_{эм}$ – площадь пика внутреннего эталона, мм²;

m_i – масса навески i -го определяемого компонента, г;

$m_{эм}$ – масса навески внутреннего эталона, г;

S_i – площадь пика определяемой примеси, мм².

Градуировочный коэффициент определяемой примеси рассчитывают как среднее арифметическое результатов всех определений.

Градуировочный коэффициент не идентифицированных примесей принимают равным коэффициенту ближайшего известного компонента.

Установление градуировочных характеристик проводят не реже одного раза в квартал, а так же при замене насадки и изменении условий хроматографического определения.

Контроль стабильности градуировочных характеристик проводят не реже одного раза в квартал, в соответствии с рекомендациями Р 50.2.028-2003.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Б.5 Выполнение измерений

В стаканчик для взвешивания помещают навески бензилового спирта от 0,0200 до 0,0400 г и анализируемого N метиланилина от 2,0000 до 3,0000 г. Смесь перемешивают и вводят микрошприцом в испаритель хроматографа.

При выполнении измерений соблюдают условия работы хроматографа по п.Б.4.4.

Регистрируют хроматограмму и вычисляют площади пиков.

Проводят два параллельных определения.

Порядок выхода компонентов указан на хроматограмме (рис. 1).

Б.6 Обработка результатов измерений

Массовую долю определяемого компонента (анилина, N,N-диметиланилина, не идентифицированной примеси) Y_i , %, рассчитывают по формуле (Б.2)

$$Y_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot m_{эм} \cdot 100}{S_{эм} \cdot m_{пр}}, \quad (Б.2)$$

где K_i – градуировочный коэффициент определяемого компонента;

S_i – площадь пика определяемого компонента, мм²;

$S_{эм}$ – площадь пика внутреннего эталона, мм²;

$m_{эм}$ – масса навески внутреннего эталона, г;

$m_{пр}$ – масса навески анализируемой пробы, г.

Б.7 Проверка приемлемости результатов параллельных определений

Б.7.1 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие (Б.3)

$$|Y_{i1} - Y_{i2}| \leq r, \quad (Б.3)$$

где Y_{i1}, Y_{i2} – результаты параллельных определений определяемого компонента, %;

r – абсолютное значение предела повторяемости, %, рассчитанное по формуле (Б.4)

$$r = 0,01r_{оми} \frac{Y_{i1} + Y_{i2}}{2}, \quad (Б.4)$$

где $r_{оми}$ – относительное значение предела повторяемости, %, приведенное в таблице Б.1.

Если указанное условие не выполняется, выясняют и устраняют причины превышения, после чего повторяют выполнение измерений.

Б.7.2 Оформление результатов измерений

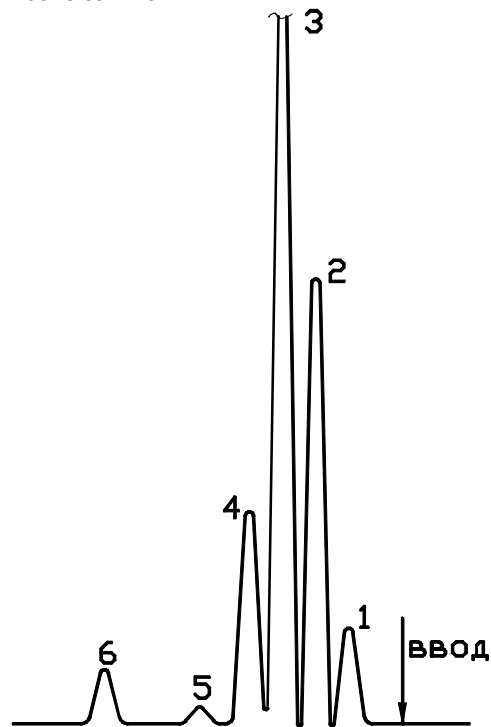
Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде (Б.5)

$$(\bar{Y}_i \pm 0,01\delta\bar{Y}_i) \% \text{ при } P = 0,95 \quad (Б.5)$$

где \bar{Y}_i – среднее арифметическое результатов параллельных измерений массовой доли i -го определяемого компонента (анилина, N,N – диметиланилина), признанных приемлемыми, %;

δ – относительное значение показателя точности i -го определяемого компонента (см. таблицу Б.1), %.

Результат измерений округляют до двух значащих цифр после запятой.



1 – анилин; 2 – бензиловый спирт; 3 – N – метиланилин; 4 – N,N-диметиланилин; 5,6 – не идентифицированные примеси

Рис. 1





Приложение В (обязательное)

Определение массовой доли воды

В.1 Приписанные характеристики погрешности измерений и диапазон измерений
Приписанные характеристики погрешности измерений методики для уровня вероятности $P = 0,95$ и диапазон измерений указаны в таблице В.1.

Таблица В.1

Наименование показателя	Диапазон измерений, %	Относительная величина		
		Показателя точности $\pm\delta$, %	Предела повторяемости $R_{отн}$, %, $n = 2$	Предела воспроизводимости $R_{отн}$, %, $m = 2$
Массовая доля воды	От 0,05 до 0,50 включ.	35	26	40

В.2 Сущность метода

Метод основан на газохроматографическом разделении воды и других компонентов пробы на насадочной колонке, их регистрации с помощью детектора по теплопроводности и обработке результатов хроматографирования по методу внутреннего эталона.

В.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

В.3.1 Средства измерений

Хроматограф газовый типа «Цвет 500М» с детектором по теплопроводности и с СКО выходного сигнала $\pm 2\%$.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, класса точности II с максимальной нагрузкой 210 г., поверочным делением 0,5 мг.

Набор (1 г-100 г) F₁ ГОСТ OIML R 111-1.

Линейка 300 ГОСТ 427.

Лупа ЛИ 3-10 ГОСТ 25706.

Микрошприц вместимостью 10 мкл.

Пипетка 1-2-2-5 ГОСТ 29227.

Секундомер механический по ТУ 25-1894.003.

В.3.2 Вспомогательное оборудование

Колонка хроматографическая стеклянная или металлочиская длиной 2(3) м и внутренним диаметром 2(3) мм.

Стаканчик СВ-24/10 ГОСТ 25336.

Флакон пенициллиновый с пробкой, объемом 10 см³.

В.3.1, В.3.2 (Измененная редакция. Изм, № 1).

В.3.3 Реактивы и материалы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Внутренний эталон: спирт изопропиловый с содержанием основного вещества не менее 99,8 %.

Газ-носитель: гелий газообразный с объемной долей не менее 99,995 %.

Насадка: полисорб-1, фракция от 0,25 до 0,50 мм по НД.

В.4 Подготовка к измерению

В.4.1 Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим осуществляют в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

В.4.2 Подготовка колонки

Колонку заполняют насадкой, помещают в термостат хроматографа, кондиционируют при температуре 230 °С током газа-носителя в течение 5 часов не подсоединяя к детектору. Затем колонку охлаждают, подсоединяют к детектору и выводят хроматограф на рабочий режим.

В.4.3 Установление градуировочной характеристики

Режим работы хроматографа

Температура термостата колонок начальная, °С.....80-90

Температура термостата колонок конечная, °С.....230

Температура испарителя, °С220

Скорость изменения температуры

термостата колонок, °С/мин.....12-15

Скорость потока газа-носителя, см³/мин35-45

Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч.....600

Время выдержки конечной температуры

термостата колонок, с.....600

Ток моста детектора, мА.....100-120

Объем вводимой пробы, мкл.....1-3

Установление градуировочной характеристик осуществляют по трем или более искусственным смесям с массовой долей воды от 0,05 % до 0,50 %.

Искусственные смеси готовят следующим образом.

В стаканчик для взвешивания (или пенициллиновый флакон) берут навески воды от 0,0050 до 0,0250 г и изопропилового спирта от 0,0050 до 0,0500 г и растворяют в 5,0 см³ N-метиланилина с массовой долей воды не более 0,05 %.

Каждую градуировочную смесь и исходный N-метиланилин хроматографируют не менее 3-х раз.

Во всех полученных хроматограммах вычисляют площади пиков как произведение высоты пика на его ширину, измеренную с помощью лупы на половине высоты.

Градуировочный коэффициент воды K_g вычисляют по формуле (В.1)

$$K_g = \frac{S_{эм} \cdot m_g}{(S_g - S_0) \cdot m_{эм}}, \quad (В.1)$$

где $S_{эм}$ – площадь пика внутреннего эталона, мм²;

m_g – масса навески воды, г;

$m_{эм}$ – масса навески внутреннего эталона, г;

S_g – площадь пика воды в искусственной смеси, мм²;

S_0 – средняя площадь пика воды в исходном N-метиланилине, мм².

Полученные по градуировочным смесям коэффициенты усредняют.

Установление градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал, а так же при смене насадки и изменении условий хроматографического определения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).



В.5 Выполнение измерений

В пенициллиновый флакон берут навески N-метиланилина от 3,0000 до 5,0000 г и, не открывая резиновой пробки, микрошприцом вводят во флакон от 0,0100 до 0,0300 г изопропилового спирта. Смесь тщательно перемешивают и вводят в испаритель хроматографа.

При выполнении измерений соблюдают условия работы хроматографа по п.В.4.3.

Регистрируют хроматограмму и определяют площади пиков.

Проводят два параллельных определения.

Порядок выхода компонентов указан на хроматограмме (рис. 2).

В.6 Обработка результатов измерений

Массовую долю воды Z , %, рассчитывают по формуле (В.2)

$$Z = \frac{K_g \cdot S_g \cdot m_{эм} \cdot 100}{S_{эм} \cdot m_{пр}}, \quad (В.2)$$

где K_g - градуировочный коэффициент воды;

S_g - площадь пика воды в анализируемой пробе, мм²;

$S_{эм}$ - площадь пика внутреннего эталона, мм²;

$m_{эм}$ - масса навески внутреннего эталона, г;

$m_{пр}$ - масса навески анализируемой пробы, г.

В.7 Проверка приемлемости результатов параллельных определений

В.7.1 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие (В.3)

$$|Z_1 - Z_2| \leq r, \quad (В.3)$$

где Z_1, Z_2 - результаты параллельных определений, %;

r - абсолютное значение предела повторяемости, %, рассчитанное по формуле (В.4)

$$r = 0,01r_{отн} \frac{Z_1 + Z_2}{2}, \quad (В.4)$$

где $r_{отн}$ - относительное значение предела повторяемости, %, (см. таблицу В.1).

Если указанное условие не выполняется, выясняют и устраняют причины превышения, после чего повторяют выполнение измерений.

В.7.2 Оформление результатов измерений

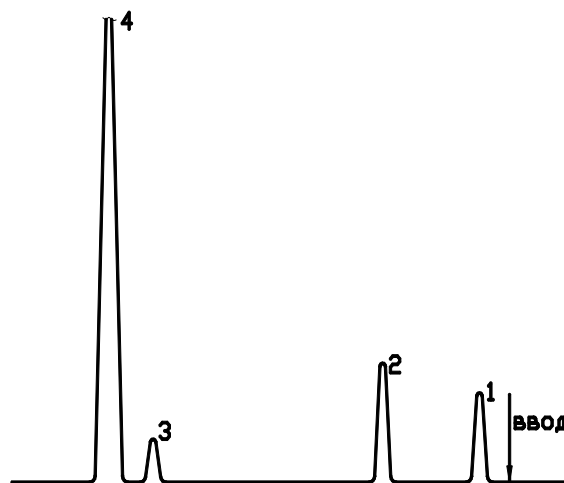
Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде (В.5)

$$(\bar{Z} \pm 0,01\delta\bar{Z}) \% \text{ при } P = 0,95 \quad (В.5)$$

где \bar{Z} - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой доли воды, признанных приемлемыми, %;

δ - относительное значение показателя точности, %, (см. таблицу В.1).

Результат измерений округляют до двух значащих цифр после запятой.



1 - вода; 2 - изопропиловый спирт; 3 - анилин;
4 - (N- метиланилин + N,N-диметиланилин)

Рис. 2





Приложение Г (обязательное)

Определение цветности

Г.1 Сущность метода

Метод измерения цветности N - метиланилина основан на фотометрическом определении оптической плотности при длине световой волны (540 ± 20) нм.

Г.2 Средства измерений

Фотометр фотоэлектрический имеющий кюветы с рабочей длиной $l = 5$ мм и предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности фотометра при измерении коэффициента пропускания не более 0,5 % абс. (типа КФК-3 по ТУ 3-3.2164-89).

Г.3 Выполнение измерений

Анализируемый продукт наливают в кювету с рабочей длиной $l = 5$ мм и измеряют его оптическую плотность в сравнении с дистиллированной водой при длине волны $\lambda = (540 \pm 20)$ нм.

Измерение оптической плотности проводят не менее двух раз.

Результаты измерений записывают до третьего десятичного знака.

Г.4 Обработка результатов измерений

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, расхождение между которыми не должно превышать 0,002.

(Измененная редакция, Изм. № 1).





Нормативные и другие ссылки*

ГОСТ Р 1.4-2004	Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организаций. Общие положения
ГОСТ Р 53228-2008	Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.
ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений
ГОСТ 12.1.007-76	ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
ГОСТ 313-77	Анилин технический. Технические условия
ГОСТ 427-75	Линейки измерительные металлические. Технические условия
ГОСТ 511-82	Топливо для двигателей. Моторный метод определения октанового числа
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 2517-85	Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб
ГОСТ 5855-78	N,N-диметиланилин. Технические условия
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6732.2 -89	Красители органические, продукты промежуточного для красителей, вещества текстильно-вспомогательные. Методы отбора проб
ГОСТ OIML R 111-1-2009	ГСИ. Гири классов точности E (индекса 1), E (индекса 2), F (индекса 1), F (индекса 2), M. (индекса 1), M (индекса 1-2), M (индекса 2), M (индекса 2-3), M (индекса 3). Часть 1. Метрологические и технические требования
ГОСТ 8751-72	Спирт бензиловый. Технические условия
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9293-74	Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов
ГОСТ 14870-77	Продукты химические. Методы определения воды
ГОСТ 15846-2002	Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности
ГОСТ 18300-87	Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 19433-88	Грузы опасные. Классификация и маркировка
ГОСТ 20015-88	Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25706-83	Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования
ГОСТ 26380-84	Контейнеры специализированные групповые. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 30302-95 (ГОСТ Р 50610-93)	Контейнеры специализированные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 31314.3-2006 (ИСО 1496-3:1995)	Контейнеры грузовые серии 1. Технические требования и методы испытаний. Часть 3. Контейнеры-цистерны для жидкостей, газов и сыпучих грузов под давлением
МИ 2335-2003	Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа
Р 50.2.028-2003	Алгоритмы построения градуировочных характеристик средств измерений состава веществ и материалов и оценивание их погрешностей (неопределенностей). Оценивание погрешности (неопределенности) линейных градуировочных характеристик при использовании метода наименьших квадратов
РМГ 76-2004	Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа
ТУ 25-1894.003	Секундомер механический. Технические условия

*Указанные выше нормативные ссылочные документы были действующими на момент утверждения СТО. В дальнейшем при пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

(Измененная редакция, Изм. № 1).





Сокращения, термины и определения

IUPAC name – идентификационное наименование химического вещества, соответствующее системе номенклатуры Международного Союза теоретической и прикладной химии, признаваемое научными кругами мира.

CAS – идентификационный номер химического вещества в системе номенклатуры Службы подготовки аналитических обзоров по химии, признаваемый научными кругами мира.

RTECS – идентификационный номер вещества в Регистре токсикологических эффектов химических веществ, признаваемый научными кругами мира.

EINECS – контрольный номер, используемый Европейским сообществом для идентификации опасных веществ, зарегистрированных в Каталоге существующих промышленных химических веществ.

UN /OOH – четырехзначный идентификационный номер вещества или изделия, указанный в Рекомендациях Организации Объединенных Наций по перевозке опасных грузов (Типовых правилах).

ICSC CARD – номер международной карточки химической безопасности вещества.

Срок годности: Период времени, в течение которого изготовитель гарантирует все установленные стандартом потребительские свойства продукции при условии соблюдения условий хранения. По истечении срока годности продукция обычно утрачивает свои потребительские свойства.

Гарантийный срок хранения: Период времени, в течение которого изготовитель гарантирует все установленные стандартом потребительские свойства продукции при условии соблюдения условий хранения и покупатель, в случае обнаружения в товаре недостатка, может предъявить претензию.

Библиография

- [1] ГН 2.2.5.1313-03 Химические факторы производственной среды. Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны. Гигиенические нормативы (в ред. Дополнения № 7 утв. Постановлением Главного государственного санитарного врача РФ от 12.07.2011 № 96).
- [2] ГН 2.1.6.1338-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест. Гигиенические нормативы (в ред. Постановления Главного государственного санитарного врача РФ от 03.11.2005 № 26 с изм. от 12.07.2011).
- [3] ГН 2.1.5.1315-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования. Гигиенические нормативы (в ред. Постановления Главного государственного санитарного врача РФ от 28.09.2007 № 77).
- [4] Правила перевозок железнодорожным транспортом грузов наливом в вагонах-цистернах и вагонах бункерного типа для перевозки нефтебитума Утверждены Советом по железнодорожному транспорту государств-участников Содружества (протокол от 21-22 мая 2009 г. № 50).
- [5] Правила перевозок опасных грузов по железным дорогам Утверждены Советом по железнодорожному транспорту государств - участников Содружества, Протокол от 05 апреля 1996 г., № 15 (в редакции с изменениями и дополнениями от 23.11.07 г., 30.05.08 г., 22.05.09 г.; в редакции протоколов от 14.05.2010, от 21.10.2010, от 29.10.2011 г.).
- [6] Технические условия размещения и крепления грузов в вагонах и контейнерах Утверждены приказом МПС России 27 мая 2003 года № ЦМ-943 (в ред. письма ОАО "РЖД" от 12.07.2004 N 139, с изм., внесенными разъяснениями от 12.08.2005 N ЦМУ-6/279).
- [7] Правила перевозок опасных грузов к Соглашению о международном железнодорожном грузовом сообщении (СМГС) Приложение 2. Организация сотрудничества железных дорог (ОСОЖД) (в редакции от 01.07.2009 г.).
- [8] Правила перевозки грузов автомобильным транспортом Утверждены Постановлением Правительства РФ от 15 апреля 2011 № 272 (в редакции Постановления Правительства РФ от 30.12.2011 г. № 1208).
- [9] ECE/TRANS/215 Европейское соглашение о международной дорожной перевозке опасных грузов (ДОПОГ). Том 1,2. Издание ООН, 2010 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).



ОКС 71.080.30

ОКП 24 7145

Изменения (поправки)*

№ изменения (поправки)	Дата введения изменения (поправки)	Номер раздела (пункта)	Примечание
Изменение № 1	01.11.2012	3.3, 4.4, 4.5, 6.1, 6.3-6.5, 7.4, 7.6, А, Б.3.1-Б.3.3, Б.4.2, Б.4.4, В.3.1, В.3.2, В.4.3, Г.4 Нормативные и другие ссылки Библиография	Согласующие письма: 1 ООО «НТО «Оргсинтез» исх. № 600 от 27.08.2012 2 ОАО «АНПЗ ВНК» исх. № 202/3865 от 22.08.2012 3 ООО «РН-Комсомольский НПЗ» исх. № 14/9053 от 21.08.2012 4 ООО «ИНКО-БАЛТ» исх. № 09/547 от 11.10.2012 5 ОАО «АНХК» Исх. № 227-52156 от 18.10.2012

* Таблица (Измененная редакция, Изм. № 1).