

前 言

本标准给出分析纯、化学纯二个级别,其中分析纯等效采用 ISO 6353-3:1987《化学分析用试剂——第3部分:规格——第2系列》中 R 59“二甲基甲酰胺”。差异如下:

1 标准编写

根据我国国情,本标准增列了性状、检验规则、包装及标志三章。

2 试验

含量、蒸发残渣、水分的测定方法与国际标准基本相同,但存在测定条件上的差异,实验表明,结果无显著差异。其他项目均引用我国已制定的一套化学试剂通用试验方法标准中相应的标准。这套标准基本上是采用 ISO 6353-1:1982《化学分析用试剂——第1部分:通用试验方法》制定的。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准由北京北化精细化学品有限责任公司负责起草。

本标准主要起草人:郝玉林。

中华人民共和国国家标准

化 学 试 剂 N,N-二甲基甲酰胺

GB/T 17521—1998

Chemical reagent
N,N-dimethylformamide

分子式: $\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$

相对分子质量: 73.09 (按 1995 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂 N,N-二甲基甲酰胺的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 605—1988 化学试剂 色度测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 606—1988 化学试剂 水分测定通用方法(卡尔·费休法)(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 611—1988 化学试剂 密度测定通用方法(neq ISO 6353-1:1982)
- GB/T 619—1988 化学试剂 采样及验收规则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)
- GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则(neq ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9736—1988 化学试剂 酸度和碱度测定通用方法(neq ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9740—1988 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB 15346—1994 化学试剂 包装及标志

3 性状

本试剂为无色透明液体,能与水、醇、三氯甲烷、乙醚等相混溶。

4 规格

N,N-二甲基甲酰胺的规格应符合表 1 的规定。

表 1

名 称	分析纯	化学纯
含量[HCON(CH ₃) ₂], %	≥99.5	≥99.0
色度, 黑曾单位	≤10	≤20
密度(20℃), g/mL	0.945~0.950	0.945~0.950
蒸发残渣, %	≤0.005	≤0.01
酸度(以 H ⁺ 计), mmol/100 g	≤0.1	≤0.2
碱度(以 OH ⁻ 计), mmol/100 g	≤0.1	≤0.2
铁(Fe), %	≤0.000 5	≤0.001
水分(H ₂ O), %	≤0.1	≤0.2

5 试验

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.1 mL 量取。

5.1 含量

按 GB/T 9722 的规定测定,其中:

5.1.1 测定条件¹⁾

检测器:火焰离子化检测器;

载气及流速:氮气,16 cm/s;

柱长(不锈钢柱):3 m;

柱内径:3 mm;

固定相:10%聚乙二醇 20 M 涂于 101 白色硅藻土载体[0.18 mm~0.25 mm(60 目~80 目)],于 180℃ 老化 4 h 以上;

柱温度:80℃;

汽化室温度:180℃;

检测室温度:180℃;

进样量:0.1 μL;

色谱柱有效板高: $H_{\text{eff}} \leq 1.9$ mm;

不对称因子: $f \leq 0.96$;

难分离物质对的分离度: $R \geq 1.5$ (*N,N*-二甲基乙酰胺和 *N,N*-二甲基甲酰胺);

组分相对主体的相对保留值: $r_{N,N\text{-二甲基乙酰胺}, N,N\text{-二甲基甲酰胺}} = 1.50$ 。

5.1.2 定量方法

按 GB/T 9722—1988 中 8.2 的规定测定。

5.2 色度

按 GB/T 605 的规定测定。

5.3 密度

采用说明:

1) 国际标准列出的是测定条件范围,其条件范围如下:

固定相:15% Carbowax 20 M 或 PEG 400;柱长:2~4 m;载体:Chromosorb W[0.15 mm~0.18 mm(80~100 ASTM 目)]或 Celite;柱材料:不锈钢或玻璃;柱温度:100~150℃;柱内径:约 3 mm;汽化室温度:约 165℃;检测温度:200~300℃;载气:氮气;载气流速:约 50 mL/min;进样量:0.1 μL。

本标准按 GB/T 9722 的规定明确了测定条件。

按 GB/T 611—1988 中 5.1 的规定测定。

5.4 蒸发残渣

量取 21 mL(20 g)样品¹⁾,按 GB/T 9740 的规定测定。

5.5 酸度

按 GB/T 9736—1988 中 6.1 的规定测定。其中:量取 100 mL 无二氧化碳的水,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}]$ ²⁾中和至溶液呈粉红色,并保持 30 s。加入 10.5 mL(10 g)样品,摇匀,若溶液粉红色消失,用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。结果按 GB/T 9736—1988 中第 7 章“水溶性样品”的规定计算。

5.6 碱度

按 GB/T 9736—1988 中 6.1 的规定测定。其中:量取 100 mL 无二氧化碳的水,加 2 滴甲基红指示液(1 g/L),用盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}]$ ³⁾中和至溶液呈红色,并保持 30 s。加入 10.5 mL(10 g)样品,摇匀,若溶液呈黄色,用盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈红色,并保持 30 s。结果按 GB/T 9736—1988 中第 7 章“水溶性样品”的规定计算。

5.7 铁

按 GB/T 9723 的规定测定,其中:

5.7.1 仪器条件

光源:铁空心阴极灯;

波长:248.3 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.7.2 测定方法

量取 21 mL(20 g)[化学纯 10.5 mL(10 g)]样品,共四份,按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.8 水分

按 GB/T 606 的规定测定。其中:量取 10.5 mL(10 g)样品⁴⁾,以 10 mL 甲醇为溶剂。

6 检验规则

按 GB/T 619 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4 类;

内包装形式:NB-20、NBY-20、NB-21、NBY-21、NB-23、NBY-23、NB-24、NBY-24、NB-27、NBY-27、NB-28、NBY-28、NB-29、NBY-29;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1;

标签应注明“易燃物品”。

采用说明:

1) 国际标准中取样量为 100 g(105 mL)。

2) 国际标准中氢氧化钠标准滴定溶液的浓度为 $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

3) 国际标准采用硫酸标准滴定溶液,浓度为 $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4)=0.01 \text{ mol/L}$ 。

4) 国际标准中取样量为 20 g(21 mL)。