

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-77 6021-02
	<i>m</i> -Nitroanilina techniczna	Zamiast BN-63/6021-02
		Grupa katalogowa X 22

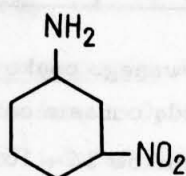
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest *m*-nitroanilina otrzymywana przez redukcję *m*-dwunitrobenzenu w środowisku alkalicznym.

m-Nitroanilina ma:

a) wzór sumaryczny: $C_6H_6O_2N_2$

b) wzór budowy:



c) masę cząsteczkową: 138,127 (1966 r.),

d) własności szkodliwe dla zdrowia.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. *m*-Nitroanilina stosowana jest do produkcji barwników.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości *m*-nitroaniliny oraz od stopnia czystości rozróżnia się dwa gatunki *m*-nitroaniliny oznaczonej cyframi rzymskimi I i II.

2.2. Przykład oznaczenia *m*-nitroaniliny technicznej gatunku I:

m-NITROANILINA TECHNICZNA I BN-77/6021-02

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. *m*-Nitroanilina powinna mieć postać proszku krystalicznego barwy żółtej nie zawierającego zanieczyszczeń mechanicznych widocznych nieuzbrojonym okiem.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Początek temperatury topnienia wysuszonego produktu, °C	111,0 + 113,0	
b) <i>m</i> -Nitroaniliny, %, nie mniej niż	99,0	98,0
c) Części nierozpuszczalnych po dwuazowaniu, %, nie więcej niż	0,5	0,5
d) Wody, %, nie więcej niż	0,4	1,0

3.3. Trwałość. *m*-Nitroanilina powinna odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 przy spełnieniu warunków podanych w 4.3 w praktycznie nieograniczonym czasie.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. *m*-Nitroanilinę należy pakować do bębnow z poliolefin wg BN-73/6411-03 lub beczek z tworzyw sztucznych typ A¹⁾ albo do worków polietylenowych wg BN-70/6414-06 umieszczonych w bębnach metalowych wg BN-76/5046-02 lub ze sklejki wg BN-76/7162-02 w ilości 20 + 60 kg. Dopuszcza się inny rodzaj opakowania uzgodniony między producentem i odbiorcą, zabezpieczający produkt w tym samym stopniu jak wyżej wymienione.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-76/O-79252, umieszczając na każdym napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- numer partii,
- numer opakowania,

1) Patrz Informacje dodatkowe.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego dnia 15 października 1977 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 35/1977 poz. 118)

f) znak niebezpieczeństwa dla materiałów szkodliwych dla zdrowia wg PN-76/O-79252 p. 2.3.9,

g) znak manipulacyjny: Chronić przed wilgocią wg PN-76/O-79252 p. 2.4.6.

Zgodnie z przepisami o przewozie kolejną i na drogach publicznych materiałów niebezpiecznych *m*-nitroanilinę zalicza się do IVa klasy niebezpieczeństwa ¹⁾.

Znakowanie partii eksportowych powinno być uzgodnione z odbiorcą.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach wg PN-75/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. *m*-Nitroanilinę należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1 w następujących warunkach:

- w pomieszczeniach krytych i suchych,
- w pomieszczeniach o sprawnej wentylacji wyciągowej,
- bębny powinny być ustawione w pozycji stojącej najwyżej w trzech warstwach; w przypadku paletyzacji dopuszcza się piętrzenie opakowań do trzech warstw,
- magazynowe powinno być oznakowane zgodnie z PN-64/N-01255 p. 3.3.7.

4.4. Transport. *m*-Nitroanilinę w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportowymi zgodnie z obowiązującymi Przepisami o przewozie kolejną i na drogach publicznych materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (klasa IVa) ¹⁾.

Bębny należy ładować na środek transportowy zgodnie z aktualnymi Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych i samochodów ciężarowych w komunikacji wewnętrznej ¹⁾. Bębny należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportu.

Dopuszcza się piętrzenie opakowań do pełnego wykorzystania środka transportowego.

Opakowania należy zabezpieczyć przed przemieszczeniem się w czasie transportu. Wystające wewnątrz środka transportu części konstrukcyjne powinny być usunięte lub zabezpieczone tak, aby nie uszkodziły opakowań w czasie transportu.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie początku temperatury topnienia (3.2a),
- oznaczanie zawartości części nierozpuszczalnych po dwuazowaniu (3.2b),
- oznaczanie zawartości wody (3.2d).

5.2. Wielkość partii. Partię *m*-nitroaniliny stanowią najwyżej 3 t produktu.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać wg wytycznych PN-67/C-04500.

Z przedstawionej do badań partii *m*-nitroaniliny należy wylosować opakowania w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wylosowanych do badań
do 15	5
16 + 25	7
26 + 63	8

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać dwie próbki pierwotne, każdą o masie co najmniej 100 g. Próbki pobiera się jednym z próbników 14 + 16 wg PN-74/C-60008. Następnie próbki pierwotne połączyć ze sobą, tworząc w ten sposób próbkę ogólną, z której po dokładnym wymieszaniu pobrać średnią próbkę laboratoryjną nie mniejszą niż 700 g. Średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie części. Jedną część przeznaczyć do wykonania badań, a drugą przechowywać do analiz rozjemczych przez 2 miesiące, natomiast w przypadku partii eksportowych przez 6 miesięcy od daty wysłania partii *m*-nitroaniliny z zakładu produkcyjnego.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie początku temperatury topnienia - wg PN-76/C-04513. Próbkę *m*-nitroaniliny przed oznaczaniem należy wysuszyć w temperaturze $55 \pm 60^\circ\text{C}$ w czasie 8 h. Grubość warstwy suszonego produktu powinna być jak najmniejsza.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o $0,2^\circ\text{C}$.

5.4.3. Oznaczanie procentowej zawartości *m*-nitroaniliny

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotyn sodowy cz.d.a, roztwór 1N mianowany na papierki jodoskrobiowy lub w następujący sposób: odważyć 5 g kwasu sulfanilowego cz.d.a. z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 400 cm^3 , dodać 200 cm^3 wody i 8 cm^3 wodorotlenku sodowego, cz.d.a. Po dokładnym rozpuszczeniu kwasu sulfanilowego dodać 25 cm^3 kwasu solnego oraz 40 cm^3 roztworu bromku potasowego (może wytrącić się osad, który znika w czasie miareczkowania) i miareczkować potencjometrycznie jak w 5.4.3.2.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe, p. 3.

Normalność roztworu azotynu sodowego N obliczyć wg wzoru

$$N = \frac{m \cdot 1000}{173,18 \cdot V} \quad (1)$$

w którym:

- m - odważka kwasu sulfanilowego, g,
- 173,18 - masa cząsteczkowa kwasu sulfanilowego,
- V - objętość badanego roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 .

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej trzech równoległych oznaczeń.

- b) Bromek potasowy cz.d.a, roztwór 20-procentowy.
- c) Kwas octowy cz.d.a, roztwór 80-procentowy.
- d) Kwas solny cz.d.a. (1,19).
- e) Wodorotlenek sodowy, roztwór 25-procentowy.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Około 5 g m -nitroaniliny odważyć z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do zlewki pojemności 400 cm^3 i dodać 100 cm^3 kwasu octowego. Po rozpuszczeniu produktu dodać 25 cm^3 kwasu solnego i 40 cm^3 roztworu bromku potasowego. Do tak przygotowanego roztworu podłączyć elektrodę platynową i kalomelową nasyconą i przy włączonym mieszaniu rozpocząć miareczkowanie potencjometrycznie w temperaturze pokojowej roztworem azotynu sodowego. Pierwsze 20 cm^3 roztworu azotynu sodowego dodawać porcjami po 5 cm^3 , następnie po 2 cm^3 , odczekując po dodaniu każdej porcji 1 min.

W pobliżu skoku potencjału porcje dodawanego odczynnika zmniejszyć do 0,1 cm^3 . Na podstawie zmian wartości potencjału określić punkt końcowy miareczkowania, za który należy przyjąć najwyższy skok potencjału.

Dopuszcza się miareczkowanie roztworu przy użyciu papierków jodoskrobiowych, który to sposób przyjmuje się jako arbitrażowy.

Roztwór po dwuazowaniu zachować do oznaczania 5.4.4.

Zawartość m -nitroaniliny (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,13813 \cdot V \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

- 0,13813 - ilość gramów m -nitroaniliny odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 1N roztworu azotynu sodowego,
- V - objętość ściśle 1N roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,
- m - odważka badanej m -nitroaniliny, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,5%.

5.4.4. Oznaczanie części nierozpuszczalnych po dwuazowaniu. Roztwór po miareczkowaniu wg 5.4.3 przesączyć przez lejek Schotta G2 uprzednio wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g. Osad na lejku przemyć wodą destylowaną i suszyć w temperaturze 60°C do stałej masy, po czym zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość części nierozpuszczalnych po dwuazowaniu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

- m_1 - masa lejka z osadem, g,
- m_2 - masa lejka, g,
- m - odważka badanej m -nitroaniliny, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,2%.

5.4.5. Oznaczanie zawartości wody - wg PN-66/C-04523.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie wyników. Przy obliczaniu wyników stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 metodą Z.

5.6. Ocena wyników badań. m -Nitroanilinę należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.4 są zgodne z wymaganiami wg 3.1 i 3.2.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii m -nitroaniliny wytwórca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ZACHEM.

2. Istotne zmiany do BN-63/6021-02

a) wyeliminowano rodzaj 70,

b) zamiast rodzaju m -nitroaniliny 98 wprowadzono dwa gatunki m -nitroaniliny suszonej przyjmując za gatunek I wymaganie exportowe,

c) zmieniono metodę oznaczania procentowej zawartości

ci *m*-nitroaniliny z tradycyjnego dwuazowania na dwuazowanie potencjometryczne,

d) uaktualniono warunki pakowania, przechowywania i transportu.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-76/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych w kapilarze
- PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną
- PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowiejsiowe bez skrzydeł, drewniane 800 × 1200 - EUR
- PN-64/N-01255 Barwy i znaki bezpieczeństwa
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie
- BN-73/6411-03 Bębny z poliolefin
- BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane
- BN-76/7162-02 Opakowania transportowe drewniane. Bębny ze sklejk

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27, ust. 4 p. 4 DKP (Dz. T. i Z. K. z 1968 r. nr 4. poz. 10 wraz z późniejszymi zmianami)

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 24 poz. 123 z 1963 r.)

Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) Dz. T. i Z. K. nr 20 poz. 84 z 1968 r.)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. PRL nr 35, poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971 r.).

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik 4 do Umowy SMGS (Dz. T. i Z. K. nr 7, poz. 35 z 1966 r.).

Regulamin międzynarodowy dla przewozu koleją towarów niebezpiecznych (RID), Załącznik I do Konwencji CIM (Dz. U. PRL nr 21, poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.).

4. Symbol wg SWW - 1242-253.

5. Autor projektu normy - inż. Janusz Andryszak, mgr inż. Ewa Radzińska, Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ZACHEM.

6. Beczki z tworzyw sztucznych - wg ZN-75/MPCh/TS-1135.