

PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-81
	<i>o</i> -Chloroanilina	6021-03
		Zamiast √ BN-63/6021-03
		Grupa katalogowa 1022

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest *o*-chloroanilina otrzymywana przez redukcję *o*-nitrochlorobenzenu.

o-Chloroanilina ma:

- wzór sumaryczny C_6H_6NCl ,
- wzór budowy



- masę cząsteczkową 127,574 (1966 r),
- własności szkodliwe dla zdrowia.

o-Chloroanilina stosowana jest do syntez organicznych, m.in. do produkcji *o*-chloroanilidu acetylooctowego oraz zasad naftoelanowych.

2. OZNACZENIE

o-CHLOROANILINA BN-81/6021-03

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. *o*-Chloroanilina powinna być cieczą o zabarwieniu słomkowym. Dopuszcza się występowanie śladowych ilości koloidalnych wtrąceń.

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

Tablica 1

Wymagania

Wymagania	
a) <i>o</i> -Chloroaniliny, %, nie mniej niż	98,5
b) Temperatura krystalizacji, °C, nie niższa niż	-3,2
c) Wody, %, nie więcej niż	0,5
d) Rozpuszczalność w kwasie solnym wg 5.4.5	całkowita

3.3. Trwałość. *o*-Chloroanilina powinna odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 przy spełnieniu warunków podanych w 4.3, przez okres 3 miesięcy

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. *o*-Chloroanilinę należy pakować w czyste i suche cysterny stalowe zaopatrzone w węzownice grzejne lub bębny z blachy stalowej typu 1, odmiany 5, pojemności 200 dm³ wg BN-76/5046-03 lub BN-76/5046-01.

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

- a) nazwę lub znak zakładu,
- b) oznaczenie wg rozdz. 2,
- c) masę brutto i netto,
- d) numer partii,
- e) datę produkcji,
- f) znak niebezpieczeństwa dla materiałów szkodliwych dla zdrowia wg PN-76/O-79252 p. 2.3.9.

Oznakowanie cystern zgodnie z poz. a) ÷ f) należy umieścić na tabliczce trwale przymocowanej do cysterny pod siatką. Wskazane jest umieszczenie znaku niebezpieczeństwa na pobocznicę cysterny.

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

4.3. Przechowywanie. *o*-Chloroanilinę należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1 w pomieszczeniach krytych i suchych, o sprawnej wentylacji wyciągowej, w temperaturze 0 ÷ 25°C.

Opakowania z *o*-chloroaniliną powinny być ustawiane w pozycji leżącej lub stojącej najwyżej w trzech warstwach, w przypadku paletyzacji dopuszcza się piętrzenie opakowań do trzech warstw.

Pomieszczenie magazynowe powinno być oznakowane zgodnie z PN-64/N-01255 p. 3.3.7.

o-Chloroanilinę można przechowywać w zbiornikach stalowych, zaopatrzonych w elementy grzejne, umożliwiające doprowadzenie jej do stanu ciekłego.

4.4. Transport. *o*-Chloroanilinę należy przewozić krytymi środkami transportowymi w opakowaniach wg 4.1 zgodnie z obowiązującymi Przepisami o przewozie

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 24 stycznia 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1981 poz. 36)

koleją i na drogach publicznych materiałów i przedmiotów niebezpiecznych¹⁾.

Bębny należy ładować na środek transportowy zgodnie z aktualnymi Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych i samochodów ciężarowych w komunikacji wewnętrznej¹⁾. Bębny należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportu.

Dopuszcza się pętrzenie opakowań do pełnego wykorzystania środka transportowego.

Opakowania należy zabezpieczyć przed przemieszczaniem się i uszkodzeniem w czasie transportu.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie zawartości *o*-chloroaniliny (3.2a),
- oznaczanie temperatury krystalizacji (3.2b),
- oznaczanie zawartości wody (3.2c),
- oznaczanie rozpuszczalności *o*-chloroaniliny (3.2d).

5.2. Wielkość partii. Partię *o*-chloroaniliny stanowi najwyżej 2000 kg produktu lub zawartość jednej cysterny.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej — wg PN-67/C-04500. Z przedstawionej do badań partii należy wybrać w sposób losowy opakowania w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9

Z każdego wybranego opakowania należy pobrać dwie próbki pierwotne, każda o masie co najmniej 100 g. Próbkę pobierać jednym z próbników 1 ÷ 7 wg PN-74/C-60008.

Następnie próbki pierwotne połączyć ze sobą i z tak otrzymanej próbki ogólnej po dokładnym wymieszaniu pobrać średnią próbkę laboratoryjną nie mniejszą niż 1000 g.

W przypadku cystern wielkość próbki jednostkowej powinna odpowiadać średniej próbce laboratoryjnej.

Średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie równe części.

Jedną część przeznaczyć do wykonania badań, a drugą przechowywać w naczyniu z ciemnego szkła do analiz rozjemczych przez 3 miesiące od daty wysyłki produktu.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego — wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie temperatury krystalizacji — wg PN-75/C-04514, stosując jako mieszaninę oziębiającą: 100 g chlorku sodowego, 50 g azotynu sodowego i 50 g rodanku amonowego.

5.4.3. Oznaczanie zawartości *o*-chloroaniliny

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- Azotyn sodowy cz., roztwór 1N.
- Kwas solny cz. (1,19).
- Papierki jodoskrobiowe.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczenia. Odważyć 5 g badanej *o*-chloroaniliny z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 600 cm³, dodać 400 cm³ wody, 30 cm³ kwasu solnego i ogrzać do rozpuszczenia próby. Następnie roztwór przelać do zlewki pojemności 2 dm³, dodać wody, lodu do objętości 1 dm³ i miareczkować roztworem azotynu sodowego w temperaturze 10°C. Za koniec miareczkowania przyjąć moment, w którym roztwór badany po upływie 5 min od chwili dodania ostatniej kropli roztworu azotynu sodowego zabarwi papierek jodoskrobiowy na niebiesko.

Zawartość *o*-chloroaniliny (*X*) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,1276 \cdot V \cdot 100}{m}$$

w którym:

0,1276 — ilość gramów *o*-chloroaniliny odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1N roztworowi azotynu sodowego,

V — objętość ściśle 1N roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanej *o*-chloroaniliny, g.

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

5.4.4. Oznaczanie zawartości wody — wg PN-66/C-04523.

5.4.5. Oznaczanie rozpuszczalności w kwasie solnym. Odmierzyć pipetą 1 cm³ badanej *o*-chloroaniliny i przenieść do kolby stożkowej zawierającej 20 cm³ 0,5N roztworu kwasu solnego cz.

Produkt powinien rozpuścić się całkowicie.

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

5.6. Ocena wyników badań. *o*-Chloroanilinę 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 *o*-chloroaniliny wytwórca zobowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne ORGANIKA—ZACHEM w Bydgoszczy.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6021-03

a) podwyższono temperaturę krystalizacji z $-3,5^{\circ}\text{C}$ do $-3,2^{\circ}\text{C}$,
b) uaktualniono warunki pakowania, przechowywania i transportu.

3. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-75/C-04514 Oznaczanie temperatury krystalizacji substancji organicznych

PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

PN-74/C-60008 Próbniki 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-76/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

BN-76/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 3 pkt. 4 DKP (Dz. TiZK 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) obowiązujące od 15 września 1968 r. (Dz. TiZK nr 20 poz. 84)

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.)

4. Normy zagraniczne

Indie IS 4334-1967 *o*-Chloroaniline

5. Symbol wg SWW - 1242 - 251.

6. Autorzy projektu normy — inż. Barbara Bembnista, mgr inż. Ewa Radzińska, Zakłady Chemiczne ORGANIKA—ZACHEM.