

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-85 6193-92
	Odczynniki Anilina	
	Grupa katalogowa 1052	

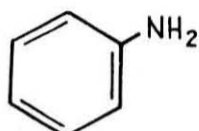
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest anilina stosowana jako odczynnik chemiczny.

Anilina ma:

a) wzór sumaryczny $C_6H_5NH_2$,

b) wzór strukturalny



c) masę molową 93,13 g/mol,

d) inne nazwy — aminobenzen.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, ustala się w normie dwa gatunki aniliny:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia aniliny czystej do analizy:

ANILINA cz.d.a. BN-85/6193-92

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Anilina powinna być oleistą cieczą, silnie załamującą światło, o swoistym zapachu. Świeżo przedestylowana powinna być bezbarwna, na powietrzu i przy dłuższym przechowywaniu przyjmuje zabarwienia żółte. Powinna rozpuszczać się w każdym stosunku w alkoholu, acetonie, eterze i dwusiarczku węgla.

Temperatura wrzenia $183 \div 185^\circ C$.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Aniliny ($C_6H_5NH_2$), %(m/m), nie mniej niż	99,7 (GC)	99,5 (GC)
b) Zanieczyszczeń organicznych wraz z nitrobenzenem, %(m/m), nie więcej niż	0,1	nie normalizuje się
c) Wody, %(m/m), nie więcej niż	0,2	0,3
d) Masa właściwa w temperaturze $20^\circ C$, g/ml	$1,022 \div 1,023$	$1,022 \div 1,025$
e) Pozostałość po prażeniu jako (SO_4^{2-}), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie

4.1.1. Opakowania jednostkowe stanowią butelki szklane ze szkła oranżowego wg BN-79/6831-13.

Wielkość opakowania: 0,5 l, 1,0 l.

W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

4.1.2. Opakowania transportowe

a) skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06, odporne na uszkodzenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-70/O-79100, odpowiednio dla grupy 2 klasy 3 i odmiany 1; pojedyncze butelki w skrzynkach należy za-

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego — Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 1 października 1985 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1986 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1985 poz. 31)

bezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym i układać w 3 warstwach;

b) palety skrzynkowe z drutu typu UJC; pojedyncze butelki na paletach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w 3 warstwach.

W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

4.1.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.2.3, umieszczając:

a) napis „Ostrożnie — środek szkodliwy“ zgodnie z Wykazem B,

b) klasę niebezpieczeństwa 6.1 wg RID/ADR/PMN.

4.1.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.3, umieszczając dodatkowo:

a) znak niebezpieczeństwa dla materiałów trujących zgodnie z PN-85/O-79252,

b) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1 i 2.4.3,

c) klasę niebezpieczeństwa 6.1 wg RID/ADR/PMN,

d) liczbę marginesową 2601 i p. 1b) (ADR), 601 p. 11b) (RID), 601 p. 17 (PMN) wg załącznika 4 do SMGS — tablica 8 p. 13.

e) liczbę warstw składowania: dla skrzynek drewnianych — 4 warstwy, dla palet skrzynkowych — 3 warstwy,

f) liczbę warstw ładowania: dla skrzynek drewnianych 3 warstwy, dla palet skrzynkowych 2 warstwy.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania należy formować na paletach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją, tak aby tworzył wraz z paletą zwartą i stabilną jednostkę ładunkową.

4.3. Przechowywanie. Anilinę należy przechowywać w ciemnych suchych i przewiewnych magazynach dostosowanych do przechowywania substancji trujących. Okres gwarancji — 6 miesięcy.

4.4. Transport aniliny może się odbywać dowolnym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości aniliny ($C_6H_5NH_2$) (3.2a),
b) oznaczanie zawartości zanieczyszczeń organicznych wraz z nitrobenzenem (3.2b),

c) oznaczanie zawartości wody (3.2c),

d) oznaczanie masy właściwej (3.2d),

e) oznaczanie pozostałości po prażeniu jako (SO_4^{2-}) (3.2e).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 250 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości aniliny ($C_6H_5NH_2$)

5.3.1.1. Aparatura i materiały pomocnicze

a) Chromatograf gazowy z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym.

b) Kolumna szklana długości 2 m o średnicy wewnętrznej 4 mm.

c) Mikrostrzykawka pojemności 1 μ l.

d) Planimetr biegunowy lub integrator.

e) Wypełnienie kolumny — Celit 100/120 z naniesionym w ilości 10% wag. olejem silikonowym firmy Pye (nr katalogowy 12730).

5.3.1.2. Odczynniki

a) Azot techniczny sprężony wg PN-71/C-84912.

b) N,N-dwuetyloanilina — wzorzec do chromatografii lub cz.d.a.

c) Powietrze techniczne sprężone wg PN-74/C-84913.

d) Wodór elektrolityczny sprężony wg PN-61/C-84908.

5.3.1.3. Wykonanie oznaczania. Ustalić:

a) przepływ azotu — 40 cm^3/min ,

b) przepływ wodoru w granicach $30 \div 40 cm^3/min$ lub zgodnie z instrukcją aparatu,

c) przepływ powietrza 15-krotnie większy od przepływu wodoru,

d) temperaturę kolumny 140°C,

e) temperaturę dozownika 200°C,

f) temperaturę detektora 160°C.

Po ustaleniu się linii zerowej, wstrzyknąć 0,5 μ l badanej aniliny i zarejestrować chromatogram przy tak dobranej czułości aparatu, aby piki wszystkich zanieczyszczeń i pik aniliny mieściły się na szerokości taśmy rejestratora.

W kolbie pomiarowej pojemności 25 ml odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 20 g badanej aniliny, dodać strzykawką około 0,03 g N,N-dwuetyloaniliny jako wzorca wewnętrznego i kolbkę ponownie zważyć.

0,5 μ l otrzymanej mieszaniny wstrzyknąć do kolumny chromatograficznej i zarejestrować chromatogram przy takiej maksymalnej czułości, aby piki zanieczyszczeń badanej aniliny i wzorca wewnętrznego mieściły się na szerokości taśmy rejestratora (względny czas retencji N,N-dwuetyloaniliny względem aniliny wynosi 2,9).

Zmierzyć za pomocą planimetru lub integratora powierzchnię pól pików zanieczyszczeń i N,N-dwuetyloaniliny (wzorca).

Zawartość aniliny obliczyć w procentach (X_1) wg wzoru

$$X_1 = 100 - \frac{m_w \cdot A_i}{m \cdot A_w} \cdot 100 - X_w \quad (1)$$

w którym:

m_w — masa wzorca dodanego do próbki badanej aniliny, g,

A_i — suma powierzchni pików zanieczyszczeń,

m — masa badanej aniliny, g,

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

A_w — powierzchnia pików wzorca,

X_w — zawartość wody, %.

5.3.2. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń organicznych wraz z nitrobenzenem. Korzystając z chromatogramów otrzymanych w 5.3.1.3 obliczyć zawartość nitrobenzenu (czas retencji względem aniliny 1,5) oraz pozostałych zanieczyszczeń organicznych w procentach (X_2) wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_w \cdot A_i}{m_1 \cdot A_w} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m_w — masa wzorca dodanego do próbki badanej aniliny, g,

A_i — suma powierzchni pików nitrobenzenu oraz pików pozostałych zanieczyszczeń,

m_1 — masa badanej aniliny, g,

A_w — powierzchnia pików wzorca.

5.3.3. Oznaczanie zawartości wody. Odważyć 10,0000 g badanej aniliny i dalej postępować zgodnie z PN-81/O-04959 p. 2.6.2.

5.3.4. Oznaczanie masy właściwej. Oznaczanie masy właściwej wykonać zgodnie z PN-66/C-04004.

Masę właściwą d_4^{20} obliczyć wg wzoru

$$d_4^{20} = \frac{(a_2 - a_1) \cdot 0,99823}{a_3 - a_1} \quad (3)$$

w którym:

a_1 — masa piknomietru, g,

a_2 — masa piknomietru z badaną aniliną, g,

0,99823 — współczynnik do przeliczenia d_{20}^{20} na d_4^{20} ,

a_3 — masa piknomietru z wodą destylowaną o temperaturze 20°C.

5.3.5. Oznaczanie pozostałości po prażeniu jako (SO_2). Do 20,0000 g badanej aniliny umieszczonej w uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym tyglu porcelanowym dodać 1 ml kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84), odparować, a następnie wyprażyć do stałej masy. Pozostałość po prażeniu obliczyć w procentach (X) wg wzoru

$$X = \frac{m_3}{m_2} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

m_3 — masa wyprażonej pozostałości, g,

m_2 — odważka badanej aniliny, g.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-54/C-80056

a) wprowadzono oznaczanie zawartości aniliny oraz zawartości zanieczyszczeń organicznych wraz z nitrobenzenem metodą chromatografii gazowej,

b) podwyższono zawartość aniliny z 99 na 99,7% dla cz.d.a. i z 98 na 99,5% dla cz.,

c) pominięto sprawdzanie odczynu i oznaczanie objętości destylatu w wyznaczonym przedziale temperatur,

d) wprowadzono oznaczanie zawartości wody.

Dotychczas obowiązująca PN-54/C-80056 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1986 r.

3. Normy i dokumenty związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

PN-81/C-04959 Oznaczanie zawartości wody metodą Karola Fischera, w produktach organicznych i nieorganicznych

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-61/C-84908 Wodór techniczny sprężony

PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny

PN-74/C-84913 Powietrze sprężone

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 — EUR

PN-70/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na uszkodzenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-85/C-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-79/6831-13 Opakowania jednostkowe szklane. Butelki typu POCH do odczynników chemicznych

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) obowiązujące od dnia 15 września 1968 r. (Dz. TiZK nr 20 poz. 84 z 1968 r.) wraz z późniejszymi zmianami.

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik nr 4 do umowy SMGS (Dz. TiZK nr 7 poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami.

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik nr 1 do Konwencji CIM (Dz. U. nr 21 poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.) wraz z późniejszymi zmianami.

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz. U. z 1983 r. nr 67 poz. 301)

Zarządzenie Ministra Żeglugi z dnia 1 lutego 1974 r. w sprawie transportu morskiego materiałów niebezpiecznych (Dz. U. nr 9 poz. 5 z 1974 r.)

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 152 Реактивы. Анилин

5. Symbole wg SWW

cz.d.a. 1331-11,

cz. 1331-42.

6. Autor projektu normy — mgr inż. B. Płatun — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.