

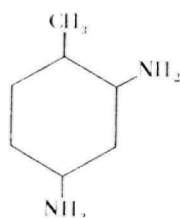
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Półprodukty do barwników 2,4-Tolilenodwuamina	6021-20
		Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest 2,4-tolilenodwuamina otrzymywana przez redukcję dwunitrotoluenu.

2,4-Tolilenodwuamina ma:

- wzór sumaryczny $C_7H_{10}N_2$,
- wzór budowy



- masę cząsteczkową: 122,17 (1961 r.),
- inne nazwy: dwuaminotoluen, TDA.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. 2,4-Tolilenodwuaminę stosuje się do produkcji barwników azowych i innych syntez.

1.3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
 PN/C-04514 Oznaczanie temperatury krzepnięcia substancji organicznych
 PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach
 PN-65/O-79030 Opakowania transportowe. Bębny drewniane i tekturowe. Szereg wymiarowy
 Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 DKP

2. OZNACZENIE

2,4-TOLILENODWUAMINA BN-71/6021-20
SWW 1242-242

¹⁾ Symbol wg SWW: 1242-242.

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. 2,4-Tolilenodwuamina powinna mieć postać łusek o zabarwieniu szarym lub brunatnym. Na powietrzu 2,4-tolilenodwuamina ulega szybko utlenianiu z jednoczesnym ciemnieniem.

3.2. Wymagania fizykochemiczne

Wymagania	
a) Tolilenodwuaminy, %, nie mniej niż	99
b) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż	95
c) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym	całkowita wg 5.3.3

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. 2,4-Tolilenodwuaminę należy pakować w ilości około 50 kg do worków z folii polichlorowinyłowej lub polietylenowej umieszczonych w bębnach drewnianych sklejkowych o wymiarach wg PN-65/O-79030. Na każdym opakowaniu należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer partii,
- masę brutto i netto,
- napis „Ostrożnie — środek szkodliwy”; napis wykonać farbą czerwoną na białym tle.

4.2. Przechowywanie. 2,4-Tolilenodwuaminę należy przechowywać w opakowaniu wg 4.1 w suchych magazynach. Magazyny z 2,4-tolilenodwuaminą powinny być okresowo przewietrzane.

Bębny z 2,4-tolilenodwuaminą należy układać jedno- lub dwuwarstwowo w odległości co najmniej 1 m od urządzeń grzejnych.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego dnia 3 września 1971 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 czerwca 1972 r.
(Mon. Pol. nr 53/1971 poz. 348)

2,4-Tolilenodwuaminę można przechowywać w opakowaniu wg 4.1 najwyżej w ciągu 1/2 roku.

4.3. Transport. 2,4-Tolilenodwuaminę można przewozić w opakowaniu wg 4.1 wszelkimi krytymi środkami transportu lądowego. Środek przewozowy przed załadowaniem należy przygotować przez usunięcie gwoździ oraz zabezpieczenie śrub, haków itp. wystających części, które mogą spowodować uszkodzenie opakowań. Opakowania z produktem należy ustawiać na środkach transportowych jedno- lub dwuwarstwowo ściśle obok siebie. Ładowanie i wyładowywanie środka transportowego oraz zabezpieczenie opakowań z produktem powinno być zgodne z przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wg załącznika nr 10 do art. 27 ust. 4 p. 4 DKP.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii. Partię stanowi najwyżej 5 t produktu.

5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej — wg PN-67/C-04500. Z każdej partii produktu należy wybrać losowo do pobierania próbek jednostkowych następującą liczbę opakowań.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobierania próbek jednostkowych
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
powyżej 63	9

Próbki należy pobierać zgłębnikiem 5 wg PN/C-60010.

5.3. Rodzaje i opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości tolilenodwuaminy

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas octowy cz., roztwór 6-procentowy.
- Octan sodowy bezwodny cz., roztwór 15-procentowy.
- Kwas H cz., roztwór 1-procentowy w 10-procentowym roztworze węgla sodowego.
- Zdwaazowana p-toluidyna, roztwór 0,1n: 54 g p-toluidyny cz. odważyć z dokładnością do 0,01 g i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dodać 150 cm³ kwasu solnego (1,19) cz.d.a. i uzupełnić wodą objętość roztworu do kreski. Po dokładnym wymieszaniu roztwór powinien być klarowny i bezbarwny.

Miano roztworu ustalić przy użyciu 0,5n roztworu azotynu sodowego. Roztwór przelać do suchej i ciemnej butelki. Roztwór jest trwały przez

około 1 ÷ 2 miesięcy. Z otrzymanego roztworu p-toluidyny odmierzyć 50 cm³ roztworu do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, ochłodzić do temperatury 10 ÷ 15°C i dodać pipetą 50,5 cm³ 0,5n roztworu azotynu sodowego. Roztwór wymieszać przez potrząsanie kolbą, a następnie uzupełnić wodą do kreski. Roztwór przechowywany w ciemnym miejscu w temperaturze poniżej 10°C nadaje się do analizy w czasie do 8 godz.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczenia. Około 5 g 2,4-tolilenodwuaminy odważyć z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 400 cm³, dodać około 250 cm³ wody i rozpuścić podgrzewając roztwór do temperatury 50 ÷ 70°C. Następnie przenieść ilościowo roztwór do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski. Po wymieszaniu odmierzyć 50 cm³ roztworu do zlewki pojemności 400 cm³, dodać 100 cm³ roztworu octanu sodowego i 10 cm³ roztworu kwasu octowego. Roztwór oziębć do temperatury 10 ÷ 15°C i miareczkować zdwaazowaną p-toluidyną z biurety chłodzonej płaszczem wodnym. Koniec miareczkowania sprawdzać na miękkiej bibule, nanosząc kroplę roztworu miareczkowanego i obok kroplę roztworu kwasu H. Na styku obu roztworów powinno wystąpić bardzo słabe fioletowe zabarwienie nie znikające w ciągu 5 min.

Zawartość tolilenodwuaminy (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,012217 \cdot 500 \cdot 100}{50 \cdot m} = \frac{12,217 \cdot V}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1n roztworu zdwaazowanej p-toluidyny, zużytego do miareczkowania, cm³,

0,012217 — masa tolilenodwuaminy odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu zdwaazowanej p-toluidyny, g,

m — odważka 2,4-tolilenodwuaminy, g.

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

5.3.2. Oznaczanie temperatury krzepnięcia — wg PN/C-04514.

5.3.3. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. 1 g 2,4-tolilenodwuaminy odważyć z dokładnością do 0,1 g, wsypać do próbówki i dodać 25 cm³ 96-procentowego alkoholu etylowego rektyfikowanego. Następnie roztwór podgrzać do temperatury 50°C. Roztwór oglądany w świetle przechodzącym powinien być przezroczysty i bez zawiesin.