KD 547.564.4 SWW 1242-481

PRODUKTY ORGANICZNE

NORMA BRANŻOWA

Produkty organiczne
o-Anizydyna

BN-74
6026-10

Zamiast
BN-64/6026-10

Grupa katalogowa X 21

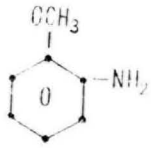
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest o-Anizydyna destylowana, otrzymywana przez redukcję o-nitroanizolu.

o-Anizydyna ma:

a) wzór sumaryczny C_7H_9ON

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 123,16 (1960)

d) nazwę systematyczną 1-metoksy-2-aminobenzen

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. o-Anizydyna stosowana jest jako półprodukt w przemyśle barwników i środków farmaceutycznych.

2. OZNACZENIE

o-ANIZYDYNA BN-74/6026-10

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. o-Anizydyna destylowana powinna być cieczą przeźroczystą bez osadu i zawiesin, barwy słomkowej do jasnobrunatnej.

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

Tablica 1

Cechy	Wymagania
a) o-Anizydyny, %, nie mniej niż	98,8
b) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż	5,5
c) Wody, %, nie więcej niż	0,3
d) Nitrozwiązków w przeliczeniu na o-nitroanizol, %, nie więcej niż	0,2

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. o-Anizydynę należy pakować do bębnów metalowych ocynkowanych z dnami stałymi, z obręczami wytłaczanymi, pojemności 200 dm^3 wg BN-69/5046-01 lub bębnów metalowych ocynkowanych z dnami stałymi, z obręczami nasadzanymi, pojemności 200 dm^3 wg BN-69/5046-03.

Znakowanie opakowań należy wykonać zgodnie z PN-67/O-79252 w sposób widoczny, umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej:

a) nazwę albo znak wytwórni,

b) oznaczenie wg 2,

c) numer partii i datę produkcji,

d) masę brutto i netto.

W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe powinny być formowane na paletach o wymiarach 800×1200 wg PN-68/M-78216.

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.2. Przechowywanie. o-Anizydynę należy przechowywać w zbiornikach i bębnach ocynkowanych, w krytych pomieszczeniach.

4.3. Transport o-Anizydyny może odbywać się dowolnym środkiem transportu. Przy przewozie koleją należy ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając opakowany wg 4.1 produkt przed przemieszczaniem się w czasie transportu, w sposób zgodny z Przepisami

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego dnia 10 lipca 1974 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1975 r.
(Dz. Norm i Miar nr 31/1974 poz. 93)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1975. Wpływ do WN 30.8.74. Oddano do składu 14.12.74. Cena zł 2,40
Druk ukończono w kwietniu 75. Obj. 0,45 a. w. Nakład 2500+50 egz. RZG — 3105

o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

W transporcie samochodowym należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Do transportu o-Anizydyny można również stosować cysterny samochodowe ocynkowane.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
b) oznaczanie zawartości o-Anizydyny (3.2a),
c) oznaczanie temperatury krzepnięcia (3.2b),
d) oznaczanie zawartości wody (3.2c),
e) oznaczanie nitrozwiązków (3.2d).

5.2. Wielkość partii. Partię o-Anizydyny stanowi najwyżej 100 opakowań bądź zawartość 1 cysterny.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady podane w PN-67/C-04500. Próbki należy pobierać:

a) z każdej cysterny,

b) z bębnów wybranych losowo w zależności od liczności opakowań, w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, jaką należy wybrać do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9

Próbki należy pobrać zgłębnikiem 2 wg PN/C-60008 lub szklaną rurą o zwężonym na końcu przekroju. Liczba pobieranych prób pierwotnych z jednego opakowania powinna być taka, żeby po sporządzeniu próbki ogólnej i wydzieleniu średniej próbki laboratoryjnej masa średniej próbki laboratoryjnej nie była mniejsza niż 500 g. Średnią próbkę laboratoryjną należy przygotować przez zmieszanie próbek jednostkowych i podzielić na dwie części. Część średniej próbki laboratoryjnej w ilości nie mniejszej niż 200 g należy przechowywać do analizy kontrolnej przez 3 miesiące od daty wysłania produktu w butelkach z doszlifowanym korkiem ze szkła oranżowego.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości o-Anizydyny

5.4.2.1. Aparatura i przyrządy

a) Pehametr laboratoryjny.
b) Układ elektrod: platynowo-kalomelowa.
c) Mieszadło magnetyczne.

5.4.2.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. roztwór 6n.
b) Alkohol etylowy cz.d.a., 96-procentowy.
c) Bromek potasowy cz.d.a. roztwór 20-procentowy.
d) Azotyn sodowy cz.d.a. roztwór 0,2n.
e) Kwas sulfanilowy cz.d.a.
f) Woda amoniakalna cz.d.a.

5.4.2.3. Nastawianie miana azotynu sodowego. Odważyć 13,8 g azotynu sodowego z dokładnością do 0,1 g i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm^3, uzupełnić wodą do kreski. Miano azotynu sodowego nastawić na kwas sulfanilowy, odważając w tym celu 1,4 ÷ 1,6 g kwasu sulfanilowego z dokładnością do 0,002 g uprzednio wysuszonego w temperaturze 105°C i przenieść ilościowo do zlewki o pojemności 250 cm^3, rozpuszczając w 5 cm^3 wody amoniakalnej. Po rozpuszczeniu dodać kolejno 5 cm^3 alkoholu etylowego, 90 cm^3 roztworu kwasu solnego oraz 10 cm^3 roztworu bromku potasowego.

Po skłóceniu zawartość zlewki miareczkować potencjometrycznie roztworem azotynu sodowego w układzie elektrod: platyna—kalomel, w temperaturze pokojowej. Następnie sporządzić krzywą miareczkowania przez naniesienie na oś odciętych objętości roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania w cm^3, a na osi rzędnych odpowiadające im potencjały w mV. Punkt równoważnikowy wykreślić graficznie. Miano roztworu azotynu sodowego (N) obliczyć wg wzoru

$$N = \frac{m}{V \cdot 0{,}17319}$$

w którym:

m — odważka kwasu sulfanilowego, g,
V — objętość roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3,
0,17319 — ilość kwasu sulfanilowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 1n roztworu azotynu sodowego, g.

5.4.2.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1 g o-Anizydyny z dokładnością do 0,002 g, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 250 cm^3 rozpuszczając w 5 cm^3 alkoholu etylowego oraz dodając kolejno 90 cm^3 roztworu kwasu solnego, 10 cm^3 roztworu bromku potasowego. Po skłóceniu zawartości zlewki miareczkować potencjometrycznie, jak w punkcie 5.4.2.3.

Zawartość o-Anizydyny (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0{,}1232 \cdot V \cdot N}{m} \cdot 100$$

w którym:

V — objętość roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3,

N — miano roztworu azotynu sodowego,

m — odważka o-Anizydyny, g,

0,1232 — ilość o-Anizydyny odpowiadająca ściśle 1 cm^3 1n roztworu azotynu sodowego, g.

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

5.4.3. Oznaczanie temperatury krzepnięcia wykonać zgodnie z PN/C-04514 w przyrządzie 1.

W czasie chłodzenia w temperaturze 2°C wprowadzić pręcikiem szklanym kryształek o-Anizydyny świeżo przedestylowanej i zamrożonej. Okres przechowywania o-Anizydyny do zaszczepiania nie może być dłuższy niż 2 tygodnie.

5.4.4. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać metodą Fischera zgodnie z PN-65/C-04086.

5.4.5. Oznaczanie zawartości nitrozwiązków w przeliczeniu na o-nitroanizol

5.4.5.1. Aparatura

a) Polarograf o czułości co najmniej 10^{-9} A/mm.

b) Naczyńko polarograficzne H wg Lingane'a z nasyconą elektrodą kalomelową.

c) Kapilara o charakterystyce: czas trwania kropli 3 ÷ 4 s.

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy cz.d.a. 96-procentowy.

b) o-Nitroanizol cz. roztwór wzorcowy zawierający 0,25 mg w 1 cm^3 alkoholu etylowego.

c) Czerwień krezolowa: 1-procentowy roztwór w alkoholu etylowym.

d) Elektrolit podstawowy, zawierający 71,6 g wodorofosforanu sodowego ($Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$) cz.d.a. i 19,2 g kwasu cytrynowego cz.d.a. w 1000 cm^3 roztworu.

e) Azot sprężony.

5.4.5.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Przygotować 7 roztworów o stężeniach odpowiadających 0,005; 0,01; 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,25 procentom nitrozwiązków w o-anizydynie. W tym celu dodać do 7 kolb pomiarowych pojemności 50 cm^3 odpowiednio 0,2; 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 10,0 cm^3 wzorca o-nitroanizolu przygotowanego wg 5.4.5.2b.

Następnie do każdej kolby pomiarowej dodać odpowiednią ilość alkoholu etylowego, aby jego stężenie końcowe wynosiło 10% obj., kroplę czerwieni krezolowej i uzupełnić do kreski roztworem elektrolitu podstawowego.

W ten sposób przygotowany roztwór przenieść do naczyńka polarograficznego i przepuszczać azot przez 10 min z prędkością 4 pęcherzyków na 1 s.

Następnie zarejestrować falę polarograficzną w przedziale —0,2 do —0,6 V względem nasyconej elektrody kalomelowej dobierając odpowiednią czułość prądową.

Zmierzoną wysokość fal wzorcowych roztworów o-nitroanizolu nanieść na oś rzędnych, a ich procentowe stężenie na oś odciętych. Zależność tych wielkości przedstawiona jest w postaci linii prostej przechodzącej przez początek układu współrzędnych.

5.4.5.4. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć pipetą do kolbki pomiarowej pojemności 50 cm^3, 1 cm^3 badanej próbki, dodać 5 cm^3 alkoholu etylowego, 1 kroplę czerwieni krezolowej. Zawartość skłócić, a następnie uzupełnić elektrolitem do kreski. Dalej postępować wg 5.4.5.3.

Na podstawie wysokości fali zmierzonej dla badanej próbki odczytać z krzywej wzorcowej procentową zawartość nitrozwiązków w przeliczeniu na o-nitroanizol wyrażoną w procentach objętościowych.

5.4.5.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczań parametrów wg 3.2 należy dokonać zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2. Metoda Z.

5.6. Ocena wyników badań. Partię o-anizydyny należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań podanych w 5.1 są zgodne z wymaganiami w 3.2.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Każda partia wysłanej o-anizydyny powinna być zaopatrzona w zaświadczenie o wynikach badań, stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

KONIEC

Informacje dodatkowe

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego ROKITA.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6026-10

a) zwiększono zawartość o-anizydyny od 98,5 do 98,8%,

b) podwyższono temperaturę krzepnięcia od minimum 4°C do 5,5°C,

c) rozszerzono zakres wymagań o parametr określający zawartość nitrozwiązków w przeliczeniu na o-nitroanizol,

d) wprowadzono nowy środek transportu — cysterny samochodowe ocynkowane.

3. Normy i dokumenty związane

PN-65/C-04086 Przetwory naftowe. Oznaczanie zawartości wody metodą Fischera

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

PN/C-04514 Oznaczanie temperatury krzepnięcia substancji organicznych

PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych

PN-68/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe drewniane czterowejściowe bez skrzydeł 800×1200

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-69/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzanymi

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (Do artykułu 27 ust. 4, pkt. 4 DKP)

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7.III.1963 r. Monitor Polski nr 24, poz. 123

4. Normy zagraniczne

Indie IS 5648 — 1970 Specification for o-Anisidin

5. Autorzy projektu normy — inż. Zofia Nowak, mgr inż. Adam Ponikowski i inż. Armin Lefler NZPO, ROKITA.