

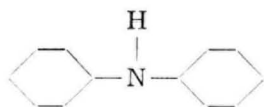
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Dwufenyloamina techniczna	6026-15
		Zamiast BN-64/6026-15
		Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest dwufenyloamina techniczna, otrzymywana przez kondensację ciśnieniową chlorowodoru aniliny z aniliną. Dwufenyloamina techniczna stosowana jest do syntezy barwników i związków organicznych oraz jako stabilizator prochów bezdymnych.

Dwufenyloamina ma:

- a) wzór sumaryczny $C_{12}H_{11}N$,
b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 169,228 (1962 r.).

1.2. Normy 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-68/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe drewniane czterowiejsiowe bez skrzydeł 800×1200
PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
PN-68/O-79352 Opakowania transportowe drewniane. Beczki i komplety beczkowe do produktów stałych, sypkich i mazistych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika rozróżnia się dwa gatunki dwufenyloaminy technicznej oznaczone kolejnymi cyframi rzymskimi: I i II.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1242-234.

2.2. Przykład oznaczenia dwufenyloaminy technicznej gatunku I:

DWUFENYLOAMINA TECHNICZNA I BN-72/6026-15
SWW 1242-234

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Dwufenyloamina techniczna powinna być produktem krystalicznym w kawałkach o barwie:

- gatunek I od jasnoszarej do jasnożółtej,
— gatunek II od jasnoszarej do szarozółtej.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II ¹⁾
1	2	3
a) Dwufenyloaminy, %, nie mniej niż	99,0	98,5
b) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż	52,6	52,2
c) Substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym, %, nie więcej niż	0,05	0,05
d) Aniliny, %, nie więcej niż	0,12	0,15
e) pH wyciągu wodnego	6÷8	5÷8

¹⁾ Gatunek II przeznaczony jest wyłącznie do dalszego przerobu przez producenta.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Dwufenyloaminę techniczną należy pakować w beczki drewniane wykładane papierem pojemności 115 l wg PN-68/O-79352.

Znakowanie opakowań należy wykonać zgodnie z PN-67/O-79252 umieszczając na każdym opakowaniu co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
b) oznaczenie wg 2.2,

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika” dnia 10 lipca 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1973 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 17/1972 poz. 35)

- c) masę brutto i netto,
d) numer partii.

Pakowanie i znakowanie partii eksportowej należy uzgodnić z odbiorcą.

4.2. Przechowywanie. Dwufenyloaminę techniczną w opakowaniach wg 4.1 należy przechowywać w pomieszczeniach suchych, w temperaturze otoczenia nie wyższej niż 30°C.

Beczki z dwufenyloaminą na paletach ładunkowych zgodnie z PN-68/M-78216, po 4 beczki na palecie, nie więcej niż po 4 warstwy palet w stosie.

Beczki z dwufenyloaminą można również przechowywać bez zastosowania paletyzacji.

4.3. Transport. Dwufenyloaminę techniczną należy przewozić krytymi środkami transportu, zabezpieczającymi produkt przed wpływami atmosferycznymi.

Środek przewozowy przed załadowaniem należy przygotować przez usunięcie gwoździ, zabezpieczenie śrub, haków itp. występujących części, które mogą spowodować uszkodzenie opakowań. Sposób załadowania opakowań powinien być zgodny z obowiązującymi przepisami kolejowymi¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości dwufenyloaminy, (3.2a),
b) oznaczanie temperatury krzepnięcia, (3.2b),
c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym, (3.2c),
d) oznaczanie zawartości aniliny, (3.2d),
e) oznaczanie pH wyciągu wodnego, (3.2e).

5.2. Wielkość partii. Górną granicę partii stanowi 800 kg produktu.

5.3. Pobieranie próbek — wg PN-67/C-04500.

Z każdej partii, w zależności od jej liczności, należy pobrać w sposób losowy liczbę opakowań do pobrania próbek wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy pobrać do pobrania próbek
do 4 5 ÷ 15	wszystkie 5

Próbki należy pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60010 z całej warstwy produktu. Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać co najmniej dwie próbki pierwotne. Masa próbek

pierwotnej powinna wynosić nie mniej niż 100 g. Pobrane próbki pierwotne należy zsypać na czystym miejscu zabezpieczonym przed zanieczyszczeniem i dokładnie wymieszać. Z otrzymanej próbki ogólnej należy pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie nie mniejszej niż 600 g. Próbkę do analizy rozjemczej przechowywać w zamkniętych słoikach w ciągu co najmniej 6 miesięcy.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości dwufenyloaminy

5.4.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy cz., roztwór 80-procentowy.
b) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 0,5n.
c) Papierki jodoskrobiowe.

5.4.1.2. Wykonanie oznaczania. 3 g dwufenyloaminy odważyć w naczynku wagowym z dokładnością do 0,001 g. Odważkę przenieść do kolby płaskodennej pojemności 500 cm³, przemyć dokładnie naczynko roztworem kwasu octowego i przelać do kolby, po czym dodać jeszcze 200 cm³ roztworu kwasu octowego i całość podgrzać aż do rozpuszczenia się badanego produktu. Po ochłodzeniu roztworu do temperatury pokojowej, rozpocząć miareczkowanie roztworem azotynu sodowego, mieszając bez przerwy. Pod koniec miareczkowania roztwór azotynu sodowego dodawać kroplami, powoli. Po ukazaniu się brunatnożółtej plamy na papierku jodoskrobiowym, powstałej natychmiast po spuszczeniu kropli badanego roztworu, odczekać 5 min, po czym ponownie dodać kroplę roztworu. Jeżeli natychmiast ponownie pojawi się brunatnożółte zabarwienie, miareczkowanie należy uważać za zakończone, w przeciwnym przypadku dodać jeszcze 1÷2 krople azotynu sodowego i odczekać ponownie 5 min.

Zawartość dwufenyloaminy (X) obliczyć w procentach według wzoru

$$X = \frac{0,0846 \cdot V \cdot 100}{m} = \frac{8,46 \cdot V}{m}$$

w którym:

V — ilość ściśle 0,5n roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego produktu, g,

0,0846 — ilość dwufenyloaminy odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,5n roztworu azotynu sodowego, g.

5.4.1.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, nie różniących się więcej niż o 0,5%.

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

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.4.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym

5.4.3.1. Wykonanie oznaczenia. 10 g dwufenyloaminy odważyć z dokładnością do 0,1 g, przemieścić do zlewki pojemności 500 cm³ i dodać 150 cm³ 96-procentowego alkoholu etylowego. Następnie podgrzać na łaźni wodnej do temperatury 60÷65°C i wymieszać do rozpuszczenia się dwufenyloaminy. Zawartość zlewki przesączyć na gorąco przez sączek ilościowy średniej twardości, wysuszony uprzednio do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Osad na sączku przemywać alkoholem etylowym tak długo, aż kropla przesączu umieszczona na szkle, po odparowaniu, nie będzie zostawiać widocznego śladu. Sączek z osadem suszyć w suszarce w temperaturze 80 ± 2°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym (X₁) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

w którym:

- m₁ — masa sączka z osadem, g,
- m₂ — masa sączka, g,
- m — odważka badanego produktu, g.

5.4.3.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną z dwu oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,010%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości aniliny

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz., roztwór 30-procentowy,
- b) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczenia. 93 g dwufenyloaminy odważyć z dokładnością do 0,1 g, umieścić w zlewce pojemności 500 cm³, dodać 250 cm³ wody destylowanej i 10 cm³ roztworu kwasu solnego. Całość zagotować, schłodzić lodem od zewnątrz i przesączyć przez miękki sączek ilościowy na lejku Büchnera. Otrzymany odciek zdwuazować roztworem azotynu sodowego w temperaturze około 15°C do trwałego, nie znikającego w ciągu 3÷5 min niebieskiego zabarwienia papierka jodoskrobiowego, używając a cm³ roztworu azo-

tynu sodowego. Następnie ilościowo zebrać osad z sączka do zlewki pojemności 500 cm³, dodać 250 cm³ wody destylowanej, 10 cm³ roztworu kwasu solnego, zagotować, ochłodzić, przesączyć i otrzymany odciek zdwuazować roztworem azotynu sodowego w temperaturze około 15°C do trwałego, nie znikającego w ciągu 3÷5 min niebieskiego zabarwienia papierka jodoskrobiowego, używając b cm³ roztworu azotynu sodowego. Czynność tę, począwszy od ilościowego zebrania osadu z sączka, powtórzyć jeszcze raz, używając na zdwuazowanie odcieku c cm³ azotynu sodowego.

Zawartość aniliny (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{0,0093 [(a + b) - 2c] \cdot 100}{93} = \frac{(a + b) - 2c}{100}$$

w którym:

- 0,0093 — ilość aniliny odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n azotynu sodowego, g,
- 93 — odważka badanego produktu, g,
- a — objętość azotynu sodowego użyta do zdwuazowania pierwszego przesączu, cm³,
- b — objętość azotynu sodowego użyta do zdwuazowania drugiego przesączu, cm³,
- c — objętość azotynu sodowego użyta do zdwuazowania trzeciego przesączu, cm³.

5.4.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną z dwu oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,050%.

5.4.5. Oznaczanie pH wyciągu wodnego. 10 g dwufenyloaminy odważyć z dokładnością do 0,001 g, rozetrzeć w moździerzu z 50÷75 cm³ wody redestylowanej świeżo przegotowanej o pH = 7 ± 0,2 i otrzymaną mieszaninę przesączyć. pH wyciągu wodnego oznaczyć pehametrem.

5.5. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Wytwórca jest zobowiązany przedstawić dla każdej partii dwufenyloaminy technicznej zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6026-15

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6026-15

- a) dla gatunku I obniżono zawartość aniliny z 0,15 na 0,12‰,
- b) wprowadzono obowiązek oznaczania aniliny w każdej szarży produkcyjnej, zamiast oznaczania tylko na życzenie odbiorcy,
- c) wprowadzono określenie „pH wyciągu wodnego” zamiast „Odczyn wyciągu wodnego”,
- d) wartość pH dla gatunku I przyjęto 6÷8, dla gatunku II 5÷8 rezygnując z określenia „obojętny”,
- e) do oznaczania pH wprowadzono pehametr zamiast

papierków lakmusowych,

f) przy oznaczaniu zawartości aniliny sprecyzowano temperaturę dwuazowania oraz określono moment, w którym dwuazowanie należy uważać za zakończone.

2. Odpowiedniki w normach zagranicznych

ZSRR IOCT 194-41 ze zmianą z 1951 r.

3. Przepisy dotyczące transportu. Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej (Załącznik nr 10 do art. 27, ust. 4, pkt. 4 DKP).

1193/Br