

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-74 6026-23
	Produkty organiczne o-Nitrotoluen	Zamiast BN-65/6026-23
		Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

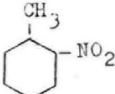
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest o-nitrotoluen otrzymywany przez nitrowanie toluenu i następnie frakcjonowaną rektyfikację mieszaniny izomerów mononitrotoluenu.

o- Nitrotoluen ma:

a) Wzór ogólny $C_7H_7NO_2$,

b) Wzór budowy



c) masę cząsteczkową 137,1 (1965),

d) inną nazwę: 1-metylo-2-nitrobenzen.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. o-Nitrotoluen jest stosowany do produkcji barwników, środków farmaceutycznych i innych celów.

1.3. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną
- PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych
- PN-64/C-97054 Produkty węglowodorkowe. Destylacja normalna metodą Krämera - Spilkera
- PN-68/M-78216 Palety ładunkowe płaskie, jednopłytkowe, drewniane, czterowieściowe, bez skrzydeł 800 x 1200
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań
- 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 nakładanymi

¹⁾Symbol wg SWW: 1242-215.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od stopnia czystości rozróżnia się dwa gatunki o-nitrotoluenu oznaczone cyframi rzymskimi I i II. Gatunek II przeznaczony jest wyłącznie dla potrzeb własnych producenta.

2.2. Przykład oznaczenia o-nitrotoluenu gatunku I:

o-NITROTOLUEN I BN-74/6026-23
SWW 1242-215

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. o-Nitrotoluen powinien być przezroczystą cieczą o barwie żółtej, ciemniejącej w miarę upływu czasu.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż	-9,6	-9,8
b) p-Nitrotoluenu, %, nie więcej niż	1,2	1,8
c) Węglowodorów, %, nie więcej niż	0,1	0,2
d) Wody, %, nie więcej niż	0,1	0,1
e) Dwinitrotoluen wg 5.4.5	nieobecny	
f) Destylacja normalna		
- początek destylacji, °C,	219,8	219
- koniec destylacji, °C,	221,6	222,5
- w podanych granicach temperatur powinno przedestylować, %, obj., co najmniej	95	95

3.3. Trwałość. o- Nitrotoluen przechowywany wg 4.2 powinien odpowiadać wymaganiom podanym w 3.2 przez co najmniej 6 miesięcy, licząc od daty wyprodukowania.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. o-Nitrotoluen należy ładować do bębnow ciężkich z obręczami tocznymi wytłaczanymi, z dnami stałymi, z otworem do napełniania umiesz-

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 2 stycznia 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1974 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 8/1974 poz. 21)

czonym w pobocznicy, zamykanym korkiem gwintowanym, ocynkowanych, pojemności 200 dm³ wg BN-69/5046-01 lub do bębnow ciężkich z obręczami tocznymi nasadzonymi, z dnami stałymi, z otworem do napełniania umieszczonym w pobocznicy, zamykanym korkiem gwintowanym, ocynkowanych, pojemności 200 dm³ wg BN-69/5046-03.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-67/0-79252 umieszczając na opakowaniu napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- numer partii,
- kolejny numer opakowania w partii,
- datę produkcji,
- g) napis ostrzegawczy: "Ostrożnie, środek szkodliwy. Chronić drogi oddechowe i pokarmowe. Unikać kontaktu z powierzchnią ciała". Napis powinien być wykonany czerwonymi literami na białym tle i powinien być większy niż inne napisy.

4.2. Przechowywanie. o-Nitrotoluen powinien być przechowywany w bębnach lub zbiornikach, w warunkach zabezpieczających go przed zanieczyszczeniem z zachowaniem przepisów obowiązujących dla produktów palnych. Na zbiornikach powinna być podana nazwa produktu oraz napis ostrzegawczy wg 4.1 g).

W przypadkach stosowania paletyzacji bębny z o-nitrotoluenem powinny być układane na paletach ładunkowych wg PN-68/M-78216 w sposób podany w PN-64/0-79021. Bębny na paletach powinny być zabezpieczone przed przemieszczeniem się i deformacją.

4.3. Transport. o-Nitrotoluen w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu zabezpieczającymi produkt przed zanieczyszczeniem i uszkodzeniem opakowań. Bębny z o-nitrotoluenem należy ładować do środków transportowych do granic ich pełnego wykorzystania, zgodnie z obowiązującymi przepisami. W przypadku korzystania z transportu kolejowego opakowania z produktem należy zabezpieczyć, zgodnie z przepisami kolejowymi⁴⁾, przed przemieszczeniem się w czasie transportu. W transporcie samochodowym produkt należy ładować zgodnie z instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep⁴⁾.

Do transportu o-nitrotoluenu można używać cystern stalowych zaopatrzonych wewnątrz w węzownice grzejne.

Oznakowanie cystern powinno być zgodne z 4.1 a) + g). Informacje te powinny być umieszczone na tabliczce trwale przymocowanej do cysterny pod siatką. Wskazane jest umieszczenie napisu ostrzegawczego na pobocznicy cysterny.

⁴⁾Patrz Informacje dodatkowe.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie temperatury krzepnięcia (3.2 a),
- oznaczanie zawartości p-nitrotoluenu (3.2b),
- oznaczanie zawartości węglowodorów (3.2 c),
- oznaczanie zawartości wody (3.2 d),
- sprawdzanie nieobecności dwunitrotoluenu (3.2 e),
- oznaczanie destylacji normalnej (3.2 f).

Badania wg a) + e) wykonuje się dla każdej partii. Badanie wg f) wykonuje się dla eksportu, dla Zakładów Chemicznych w Bydgoszczy oraz dla Starogardzkich Zakładów Farmaceutycznych.

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi ilość o-nitrotoluenu przedstawiona jednorazowo do odbioru.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbki o-nitrotoluenu należy pobierać i przygotowywać zgodnie z PN-67/C-04500. Do pobierania próbek należy używać zgłębników 1 lub 2 wg PN/C-60008 o wymiarach $L = 1000$ mm i $D = 8$ mm w przypadku bębnow, a $L = 1700$ mm i $D = 8$ mm w przypadku cystern. Zamiast zgłębników można używać rur szklanych o zwężonym zakończeniu i o zbliżonych wymiarach. Z przedstawionej do badania partii w bębnach należy wylosować na ślepo liczbę opakowań podaną w tabl. 2.

Tablica 2

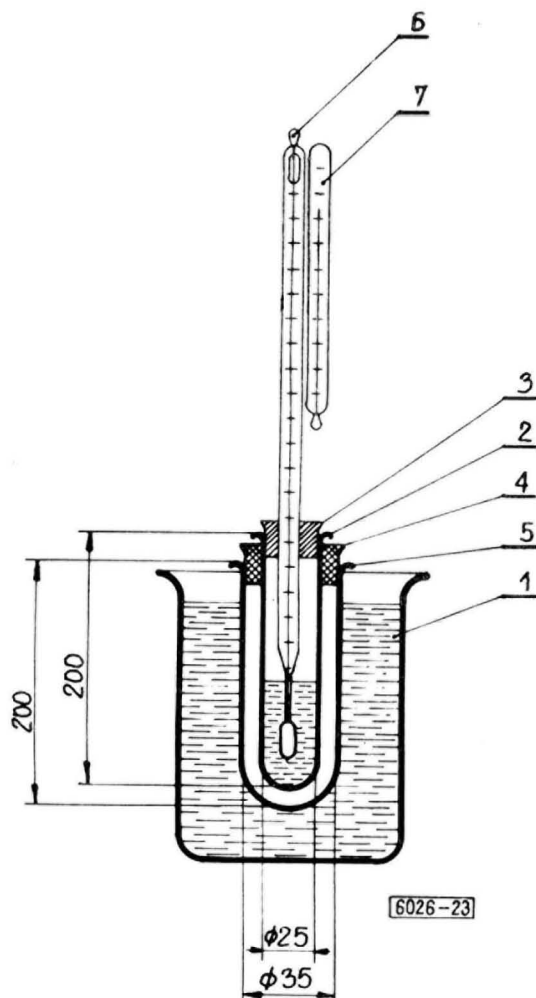
Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wylosowanych do pobrania próbek
do 6	wszystkie
7+ 15	6
16+ 25	9
26+ 63	12
64+160	14
161+250	15
powyżej 250	16

W przypadku cystern próbki pierwotne należy pobierać z każdej cysterny. Z każdego wylosowanego bębna lub z każdej cysterny należy pobrać dwie próbki pierwotne, każda o masie co najmniej 100 cm³. Z próbek jednostkowych należy sporządzić próbkę ogólną i po wymieszaniu pobrać z niej 500 cm³ o-nitrotoluenu - średnia próbka laboratoryjna. Próbkę tę należy podzielić na dwie równe części i umieścić w dwóch butelkach z doszlifowanymi korkami. Próbkę do analizy rozjemczej należy przechowywać przez 6 miesięcy w specjalnie do tego celu przeznaczonym miejscu, w warunkach zabezpieczających ją przed zmianą własności fizycznych i chemicznych.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie temperatury krzepnięcia

5.4.1.1. Przyrządy. Zestaw do oznaczania temperatury krzepnięcia wg rysunku.



1 - zlewka, 2-- probówka wewnętrzna, 3 i 4 - korek, 5 - probówka zewnętrzna, 6 - uwierzytelniony termometr o zakresie pomiarowym od -20°C do 0°C , z podziałką co $0,1^{\circ}\text{C}$, 7 - termometr o zakresie pomiarowym od -2°C do $+30^{\circ}\text{C}$ z podziałką co 1°C .

5.4.1.2. Przygotowanie mieszaniny oziębiającej.

Zlewkę 1 napełnić mieszaniną lodu i soli kuchennej w stosunku wagowym 100 : 33. Mieszanina powinna mieć temperaturę od -16°C do -18°C . Jeśli nie uzyska się wymaganej temperatury, do mieszaniny dodać sześciowodnego chlorku wapniowego.

5.4.1.3. Przygotowanie próbki do badania.

Około 100 g badanego o-nitrotoluenu podgrzać do temperatury około 110°C w parownicy porcelanowej, na łożni piaskowej, pod wyciągiem i utrzymywać w tej temperaturze przez 5 min. Następnie pozostawić do ostygnięcia. Natychmiast po doprowadzeniu próbki do temperatury pokojowej wykonać oznaczenie.

5.4.1.4. Wykonanie oznaczania. Probówkę wewnętrzną 2 napełnić do 1/3 wysokości badanym o-nitrotoluenu przygotowanym wg 5.4.1.3 i po włożeniu

do niej termometru 6 umocowanego za pomocą korka 3, zanurzyć w mieszaninie oziębiającej w zlewce 1. Do termometru 6 umocować za pomocą gumki termometr 7 tak, aby zbiornik rtęci tego termometru znajdował się w połowie słupek rtęci wystającego ponad korek termometru 6 (jeśli zaistnieje taki przypadek). Jeśli natomiast słupek rtęci termometru 6 nie będzie wystawał ponad korek, użycie termometru 7 i obliczenie poprawki jest niepotrzebne.

Gdy temperatura na termometrze 6 obniży się poniżej -10°C , wyjąć probówkę 2 z mieszaniny, szybko osuszyć i osadzić za pomocą korka 4 w oziębionej uprzednio probówce 5, nie wyjmując jej z mieszaniny. Odczekać aż temperatura obniży się do -14°C po czym silnie zamieszać termometrem, a gdy pojawią się kryształki mieszać dalej z szybkością jednego ruchu na 1 s przez podnoszenie i opuszczanie termometru w kierunku pionowym tak, aby zbiornik rtęci termometru nie wynurzył się z badanej próbki. Po 10 + 15 min wzrastająca stale temperatura powinna ustalić się na poziomie najwyższym, który należy przyjąć za temperaturę krzepnięcia badanego o-nitrotoluenu jeżeli stwierdzi się, że w ciągu dalszych 3 min temperatura nie podniosła się mimo dalszego mieszania. W przypadku gdy słupek rtęci termometru 6 wystaje ponad korek 3 do odczytanej temperatury krzepnięcia dodać algebraicznie poprawkę obliczoną wg wzoru

$$\Delta t = \alpha \cdot n(t - t_1)$$

w którym:

α - współczynnik rozszerzalności cieplnej dla termometrów rtęciowych 0,00016, a dla termometrów cieczowych 0,0125,

n - wysokość słupka rtęci termometru 6 wystającego ponad korek 3, liczona od poziomu korka, wyrażona w stopniach skali termometru,

t - odczytana temperatura krzepnięcia, $^{\circ}\text{C}$,

t_1 - temperatura otoczenia mierzona w pobliżu środka słupka rtęci termometru 6 wystającego ponad korek 3, oznaczona termometrem 7, $^{\circ}\text{C}$.

Poprawkę termometryczną Δt należy zaokrąglić do $0,1^{\circ}\text{C}$.

5.4.1.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch kolejnych oznaczeń nie różniących się od siebie więcej niż o $0,2^{\circ}\text{C}$.

5.4.2. Oznaczanie zawartości p-nitrotoluenu

5.4.2.1. Odczytniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: 1,2 g p-nitrotoluenu o temperaturze krzepnięcia $51,4^{\circ}\text{C}$ przekrystalizowanego uprzednio trzykrotnie z alkoholu etylowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 98,8 g o-nitrotoluenu o temperaturze krzepnięcia $-8,9^{\circ}\text{C}$, odważonego z tą samą dokładnością.

b) Roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: 1,8 g p-nitrotoluenu rozpuścić w 98,2 g o-nitrotoluenu. Czystość odczynników i dokładność ważenia powinna odpowiadać wymaganiom podanym w a).

c) Kwas siarkowy (oleum) o zawartości 20% SO_2 cz.

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 2n.

Roztwory wg a) i b) nie mogą być używane do oznaczania później niż 3 tygodnie po przyrządzeniu.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. 0,2 g badanego o-nitrotoluenu odważonego z dokładnością do 0,0002 g umieścić w próbówce, dodać 1 cm^3 kwasu siarkowego, zamieszać zawartość, ostrożnie poruszając próbką i zanurzyć na 1 godz we wrzącej łaźni wodnej tak, aby próbówka nie dotykała dna łaźni. Równocześnie wykonać te same czynności z dwiema próbkami zawierającymi: jedna 0,2 g roztworu wzorcowego wg 5.4.2.1 a), druga 0,2 g roztworu wzorcowego wg 5.4.2.1 b).

Roztwory te powinny być odważone z dokładnością do 0,0002 g. Po 1 godz próbówki wyjąć z łaźni wodnej i po ochłodzeniu zawartość każdej przelać do oddzielnej kolby pomiarowej pojemności 25 cm^3 . Przepłukać próbówki wodą zlewając popłuczyny do kolb, które następnie należy dopełnić wodą dokreski.

Do trzech próbek z bezbarwnego szkła o średnicy około 20 mm wlać po 10 cm^3 przygotowanych w kolbach roztworów, dodać po 15 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego i zanurzyć we wrzącej łaźni wodnej na 15 min. Natychmiast po wyjęciu próbek z łaźni porównać intensywność pomarańczoworóżowego zabarwienia roztworów.

5.4.2.3. Ocena wyników. Jeżeli zabarwienie roztworu w próbówce z badanym o-nitrotoluenem nie jest intensywniejsze od zabarwienia próbówki z roztworem wzorcowym 5.4.2.1 a), badany o-nitrotoluen zawiera nie więcej niż 1,2% p-nitrotoluenu i odpowiada I gatunkowi. Jeżeli zabarwienie próbówki z roztworem badanego o-nitrotoluenu nie jest intensywniejsze od zabarwienia roztworu wzorcowego wg 5.4.2.1 b), badany o-nitrotoluen zawiera nie więcej niż 1,8% p-nitrotoluenu i odpowiada II gatunkowi.

5.4.3. Oznaczanie zawartości węglowodorów

5.4.3.1. Sprzęt

a) Próbówki z bezbarwnego szkła o jednakowych średnicach.

b) Mikrobiureta z podziałką co 0,01 cm^3 .

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy 96-procentowy rektyfikowany cz.

b) Formalina cz. (1,084).

c) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

d) Roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: 99,9 g o-nitrotoluenu o temperaturze krzepnięcia $-8,9^\circ\text{C}$ odważyć z dokładnością do 0,0002 g

w kolbie stożkowej, dodać 0,1 g toluenu o temperaturze wrzenia 111°C i zmieszać przez wstrząsanie.

e) Roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: 99,8 g o-nitrotoluenem odważyć w kolbie stożkowej i dodać 0,2 g toluenu. Czystość składników i dokładność ważenia jak w d).

Roztwory wg d) i e) należy przechowywać w ciemnych butelkach z doszlifowanymi korkami i chronić przed światłem.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Do jednej z próbek wlać za pomocą mikrobiurety 1 cm^3 wzorcowego roztworu wg 5.4.3.2 d), do drugiej próbówki wlać w ten sam sposób 1 cm^3 roztworu wg 5.4.3.2 e).

Następnie do obu próbek dodać po 10 cm^3 alkoholu etylowego i po 3 krople formaliny. Próbówki zakorkować szczelnie, kilkakrotnie wstrząsnąć, a następnie dodać do ich zawartości po 2 cm^3 kwasu siarkowego wlewając go ostrożnie po ustawionych pochyło ściągach próbek. Na granicach dwu warstw cieczy powinny utworzyć się brunatne pierścienie. Równocześnie należy wykonać badanie porównawcze wlewając w podany sposób do trzeciej próbówki takie same ilości odczynników, lecz zamiast roztworu wzorcowego użyć 1 cm^3 badanego o-nitrotoluenu. Po wykonaniu tych czynności porównać intensywność barwy pierścienia w próbówce z badanym o-nitrotoluenem z pierścieniami w próbkach z roztworami wzorcowymi.

Do oznaczania należy używać naczyń dokładnie umytych i przepłukanych alkoholem etylowym.

5.4.3.4. Ocena wyników. Jeśli barwa pierścienia w próbówce z badanym o-nitrotoluenem nie jest intensywniejsza od barwy pierścienia w próbówce z roztworem wg 5.4.3.2 d), badany o-nitrotoluen zawiera nie więcej niż 0,1% węglowodorów i odpowiada I gatunkowi. Jeżeli barwa pierścienia w próbówce z badanym o-nitrotoluenem nie jest intensywniejsza od barwy pierścienia w próbówce z roztworem wg 5.4.3.2 e), badany o-nitrotoluen zawiera nie więcej niż 0,2% węglowodorów i odpowiada II gatunkowi.

5.4.4. Oznaczanie zawartości wody - wg PN-66/C-04523. Jako cieczy azeotropującej należy używać ksylenu nasyconego wodą. Czas odstawiania ksylenu po nasyceniu wodą nie powinien być krótszy niż 4 godz.

5.4.5. Sprawdzanie nieobecności dwunitrotoluenu

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Aceton cz.: 5 cm^3 acetonu nie powinno dawać zabarwienia z 10 kroplami 2n roztworu wodorotlenku sodowego.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 2n.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,2 cm^3 badanego o-nitrotoluenu odmierzyć z mikrobiurety z podziałką co 0,01 cm^3 do próbówki, dodać 5 cm^3 acetonu, 10 kropli wodorotlenku sodowego i po szczelnym zakorkowaniu próbówki wstrząsnąć nią kilkakrotnie. Jeżeli w ciągu 5 min próbka nie zabarwi

się na niebiesko lub fioletowo należy uznać, że badany o-nitrotoluen nie zawiera dwunitrotoluenu.

5.4.6. Destylacja normalna. Destylację normalną wykonać wg PN-64/C-97054. Do oznaczania użyć o-nitrotoluenu uprzednio odwodnionego przez 8-godzinne odstanie z bezwodnym chlorkiem wapniowym i przesączonego. Zakres pomiarowy termometru T_{po}winien wynosić $200 \pm 250^{\circ}\text{C}$, działka elementarna $0,1^{\circ}\text{C}$.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb. Liczby wyrażające końcowe wyniki oznaczeń parametrów wg 3.2 należy zaokrąglić i zapisywać zgodnie z PN-70/N-02120 metoda Z.

5.6. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej wysyłanej partii o-nitrotoluenu producent jest obowiązany przedstawić zaświadczenie o wynikach badań, stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6026-23

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6026-23

- a) podwyższono temperaturę krzepnięcia w II gatunku z -10°C do $-9,8^{\circ}\text{C}$,
- b) podwyższono temperaturę początku destylacji w I gatunku z $219,5^{\circ}\text{C}$ do $219,8^{\circ}\text{C}$ oraz końca destylacji z $221,5^{\circ}\text{C}$ do $221,6^{\circ}\text{C}$,
- c) uzupełniono sposób oznaczania zawartości węglowodorów,

d) zmieniono okres gwarancji o-nitrotoluenu z 3 miesięcy na 6 miesięcy.

2. Przepisy kolejowe i samochodowe

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

Instrukcja o ładowaniu i rozładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r.