

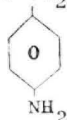
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Produkty organiczne p-Fenetydyna	6026-62
		Zamiast BN-63/6026-07
		Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest **p-fenetydyna destylowana**, otrzymywana przez redukcję p-nitrofenetolu. p-Fenetydyna jest to 1-e-toksy-4-aminobenzen i ma:

a) wzór sumaryczny: $C_8H_{11}ON$

b) wzór budowy: OC_2H_5



c) masę cząsteczkową: 137,184 (1960)

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. p-Fenetydyna stosowana jest jako półprodukt w przemyśle barwników i w przemyśle farmaceutycznym.

1.3. Normy związane

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

PN/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych

PN-60/C-04516 Przyspieszacze wulkanizacji. Metody badań

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

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

PN-67/0-79252 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 nasadzonymi

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości p-chloroaniliny rozróżnia się trzy gatunki p-fenetydyny oznaczone cyframi I, II, III.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1242-482.

2.2. Przykład oznaczenia p-fenetydyny gatunku I:

p-FENETYDYNA I BN-74/6026-62

SWW: 1242-482

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. p-Fenetydyna powinna być cieczą przezroczystą, barwy żółtej z dopuszczalnym odcieniem brązowym w związku z tendencją produktu do ciemnienia w czasie. p-Fenetydyna nie powinna mieć osadu i zanieczyszczeń mechanicznych.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	I	II	III
a) p-Fenetydyny, %, nie mniej niż ¹⁾	99,0	99,0	99,0
b) p-Chloroaniliny, %, nie więcej niż	0,01	0,03	0,1
c) Temperatura krzepnięcia, °C	3,5÷4,5	3,5÷4,5	3,5÷4,5
d) Rozpuszczalność w kwasie solnym	całkowita wg 5.4.4	całkowita wg 5.4.4	całkowita wg 5.4.4
e) Temperatura topnienia acetylo pochodnej (°C ¹⁾	134÷135	134÷135	134÷135

¹⁾ Wykonuje się na żądanie odbiorcy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. p-Fenetydynę należy ładować do bębnow metalowych ocynkowanych, z dnami stałymi, o pojemności 200 dm³ wg BN-69/5046-01 lub wg BN-69/5046-03. Opakowania powinny być szczelnie zamknięte. Zakowanie opakowań należy wykonać zgodnie z PN-67/0-79252 w sposób widoczny, umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej następujące dane:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii i datę produkcji,
- masę brutto i netto.

Pakowanie i znakowanie partii eksportowych należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

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 12/1974 poz. 34)

4.2. Przechowywanie. p-Fenetydynę należy magazynować w zbiornikach i bębnach ocynkowanych, w pomieszczeniach krytych.

4.3. Transport p-fenetydyny w bębnach 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 podczas transportu w sposób zgodny z przepisami kolejowymi¹⁾. W transporcie samochodowym produkt należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep²⁾. Transport p-fenetydyny może odbywać się również w cysternach samochodowych ocynkowanych.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości p-fenetydyny (3.2a),
- oznaczanie zawartości p-chloroaniliny (3.2b),
- oznaczanie temperatury krzepnięcia (3.2c),
- oznaczanie rozpuszczalności w kwasie solnym (3.2d),
- oznaczanie temperatury topnienia acetylopopchodnej (3.2e).

5.2. Wielkość partii. Partię p-fenetydyny stanowi najwyżej 50 bębnow lub zawartość jednej cysterny.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady podane w PN-67/C-04500. Z przedstawionej do badań partii należy wylosować na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek
	sztuk
do 6	wszystkie
7÷15	6
16÷25	9
26÷63	12

Próbki z opakowań jednostkowych należy pobierać zgłębnikiem 2 o długości 1000 mm wg PN/C-60008 lub szklaną rurą o zwężonym na końcu przekroju, zanurzając ją do dna opakowania. Zawartość opakowania przed pobraniem próbek należy dokładnie wymieszać. Ilość pobieranych próbek 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 1500 g. Średnią próbkę laboratoryjną należy przygotować przez zmieszanie próbek jednostkowych i podzielić na dwie części. Część średniej próbki laboratoryjnej w ilości nie mniejszej niż 500 g należy przechowywać do analizy kontrolnej przez 3 miesiące od daty wysłania produktu, próbki partii eksportowych - przez 6

^{1,2)} Patrz Informacje dodatkowe.

miesiący, w butelkach z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości p-fenetydyny

5.4.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz. (1,19).
- Azotyn sodowy cz., roztwór in.
- Bromek potasowy cz., roztwór 10-procentowy.
- Papierki jodoskrobiowe.

5.4.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 3 g p-fenetydyny, odważonej z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w zlewce pojemności 1000 cm³ w 25 cm³ kwasu solnego i 500 cm³ wody, dodać 10 cm³ bromku potasowego i miareczkować roztworem azotynu sodowego do trwałego zabarwienia papierka jodoskrobiowego po 10-minutowym oczekaniu. Zawartość p-fenetydyny (X_1) należy obliczyć, w procentach, wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,1372 \cdot V \cdot 100}{m}$$

w którym:

- 0,1372 - ilość p-fenetydyny odpowiadająca ściśle 1 cm³ in roztworu azotynu sodowego, g,
- V - objętość ściśle in roztworu azotynusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- m - odważka p-fenetydyny, g.

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

5.4.2. Oznaczanie zawartości p-chloroaniliny metodą chromatografii cienkowarstwowej

5.4.2.1. Zasada metody. Metoda polega na rozdziale metodą chromatografii cienkowarstwowej roztworu p-fenetydyny, wywołaniu chromatogramu przez zdwuazowanie tlenkami azotu i sprzęgnięcie z dwuchlorowodorkiem N-1-naftyloetylenodwuaminy oraz porównaniu zawartości p-chloroaniliny w badanej próbce ze skalą wzorcową.

5.4.2.2. Aparatura

- Płytki szklane o wymiarach 20×20 cm.
- Cylindry pomiarowe lub probówki z doszlifowanym korkiem, pojemności 10 lub 20 cm³.
- Mikrostrzykawka pojemności 10 mm³ lub mikropipeta z działką co 1 mm³.
- Dwie komory chromatograficzne - naczynia szklane z pokrywką o wymiarach co najmniej 15×22×25 cm.

5.4.2.3. Odczynniki i roztwory

- Cykloheksan cz.d.a. lub alkohol etylowy bezwodny.
- Chlorek metylenu cz. bezwodny lub chlorobenzen cz.
- Dwuchlorowodorek N-1-naftyloetylenodwuaminy cz.d.a. 0,5-procentowy roztwór alkoholowy.

d) Azotyn sodowy cz.

e) Kwas solny cz. roztwór 10-procentowy.

f) Żel krzemionkowy z gipsem firmy Merck.

g) *p*-Chloroanilina cz.d.a. roztwór 0,01- i 0,001-procentowy przygotowane w następujący sposób.

Odważyć 0,01 g *p*-chloroaniliny z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić cykloheksanem lub alkoholem etylowym do kreski. Następnie odmierzyć 10 cm³ otrzymanego 0,01-procentowego roztworu i rozcieńczyć w drugiej kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ cykloheksanem lub alkoholem etylowym do kreski. 1 cm³ tak przygotowanego 0,001-procentowego roztworu zawiera 0,00001 g *p*-chloroaniliny.

5.4.2.4. Przygotowanie skali wzorcowej. Do cylindra lub probówki z doszlifowanym korkiem odmierzyć 1 cm³ 0,001-procentowego roztworu *p*-chloroaniliny i 4 cm³ cykloheksanu lub alkoholu etylowego (wzorzec dla gatunku I.).

Do drugiego cylindra odmierzyć 3 cm³ 0,001-procentowego roztworu *p*-chloroaniliny i 2 cm³ rozpuszczalnika (wzorzec dla gatunku II.).

Do trzeciego cylindra odmierzyć 1 cm³ 0,01-procentowego roztworu *p*-chloroaniliny i 4 cm³ rozpuszczalnika (wzorzec dla gatunku III.).

5.4.2.5. Przygotowanie płytek do chromatografii.

W zlewce pojemności około 25 cm³ odważyć 4 g żelu krzemionkowego z dokładnością do 0,1 g, dodać 6 cm³ wody i dokładnie wymieszać na jednolitą zawiesinę. Zawiesinę tę należy równomiernie pokryć płytkę szklaną i pozostawić na 1 godz w celu związania warstwy adsorpcyjnej z płytką. Następnie płytkę aktywować przez wygrzewanie w suszarce w temperaturze 105 ± 110°C w ciągu 1 godz.

Po upływie tego czasu wstawić płytkę do pojemnika hermetycznie zamkniętego w celu zabezpieczenia przed wilgocią. Używać ją można w ciągu 3 dni. W powyższy sposób należy przygotować co najmniej 2 płytki.

5.4.2.6. Przygotowanie komory chromatograficznej. Do wypoziomowanej i wyłożonej bibułą filtracyjną komory chromatograficznej wprowadzić chlorek metylenu lub chlorobenzen w takiej ilości, żeby stanowił warstwę grubości 1 cm. Komorę zamknąć pokrywą i pozostawić w temperaturze pokojowej przez co najmniej 1 godz w celu nasycenia parami.

5.4.2.7. Wykonanie oznaczania. W naczyniu wagowym odważyć 1 g *p*-fenetydyny z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ i uzupełnić cykloheksanem lub alkoholem etylowym do kreski. Roztwory skali wzorcowej przygotowane wg p. 5.4.2.4 oraz badany roztwór *p*-fenetydyny nanieść równolegle na dwie płytki chromatograficzne, przy użyciu mikrostrzykawki lub mikropipety, po 5 lub 10 mm³ w ten sposób, aby powstała plamka miała średnicę nie większą niż 6 mm. Plamki należy nanosić w odległości

2,5 cm od dolnej krawędzi płytki i nie mniejszej niż 2,5 cm od boku płytki. Odległość pomiędzy plamkami powinna wynosić 2 cm. Na płytkach w odległości 15 cm od punktu naniesienia należy zaznaczyć drogę rozwijania chromatogramu. Płytki umieścić w komorze chromatograficznej na czas potrzebny do rozwinięcia chromatogramu na wyznaczonej drodze. Następnie wyjąć płytki, wysuszyć w strumieniu ciepłego powietrza i poddać działaniu tlenków azotu wytwarzanych w drugiej komorze szklanej z azotynu sodowego i kwasu solnego. Po kilku minutach wyjąć płytki z komory, usunąć nadmiar tlenków azotu strumieniem powietrza i spryskać równomiernie roztworem dwuchlorowodoru *N*-1-naftyloetylenodwuaminy. Porównać intensywność zabarwienia plamek *p*-chloroaniliny w badanej *p*-fenetydynie z intensywnością odpowiednich wzorców.

5.4.2.8. Wynik. *p*-Fenetydyna odpowiada wymaganiom normy dla gatunku I, II lub III, jeżeli zabarwienie plamek *p*-chloroaniliny na obu płytkach w badanej próbie jest równe lub mniej intensywne niż zabarwienie plamek odpowiednich wzorców.

5.4.3. Oznaczanie temperatury krzepnięcia - wg PN-60/C-04516.

5.4.4. Oznaczanie rozpuszczalności w kwasie solnym. 2 g *p*-fenetydyny przenieść do kolby stożkowej pojemności 150 cm³, w której uprzednio zmieszano 40 cm³ wody destylowanej i 2 cm³ kwasu solnego cz. (1,19). Po wytrząsaniu zawartości kolby przez 15 min próbka powinna się całkowicie rozpuścić. Dopuszczalna jest opalizacja.

5.4.5. Oznaczanie temperatury topnienia acetylopochothanej

5.4.5.1. Odczynniki

a) Benzen cz.

b) Bezwodnik octowy cz.

5.4.5.2. Przygotowanie acetylopochothanej. 10 g *p*-fenetydyny wlać do kolby kulistej, rozpuścić w 50 g benzenu, dolać 10 g bezwodnika kwasu octowego i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia przez 2 godz. Po ostudzeniu powstały osad odsączyć przez lejek sitowy, przemyć trzykrotnie wodą destylowaną, przenieść na szkiełko zegarkowe i wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania należy wykonać zgodnie z PN/C-04513 przyjmując za wynik średnią arytmetyczną początkowej i końcowej temperatury topnienia.

5.5. Zaokrąglenie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów wg 3.2 należy wykonać zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

5.6. Ocena wyników badań. Partię *p*-fenetydyny należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań podanych w 5.1 są zgodne z wymaganiami podanymi w rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej wysłanej partii p-fenetydyny powinno być dołączone zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające ich zgodność z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6026-62

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6026-07

- a) wprowadzono podział na trzy gatunki,
- b) zaostrzono wymagania przez podwyższenie zawartości p-fenetydyny i temperatury krzepnięcia w gatunku II i III,
- c) zastąpiono oznaczanie chloru organicznie związanego oznaczaniem p-chloroaniliny,
- d) wprowadzono nowy środek transportu - cysterny samochodowe.

2. Istniejące przepisy kolejowe i samochodowe

- a) Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik Nr 10 (do art. 27, ust. 4, pkt. 4 DKP),
- b) Instrukcja o ładowaniu i rozładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r.