

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-76 6026-71
	Nitrobenzen techniczny	
	Grupa katalogowa X 21	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest nitrobenzen techniczny, otrzymywany przez bezpośrednie nitrowanie benzenu mieszaniną nitrującą. Nitrobenzen ma:

- wzór sumaryczny $C_6H_5NO_2$,
- wzór budowy



- masę cząsteczkową 123,112 (1966 r.),
- własności toksyczne.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Nitrobenzen techniczny stosuje się w produkcji barwników i półproduktów organicznych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od czystości produktu rozróżnia się dwa rodzaje nitrobenzenu technicznego:

- S — surowy,
- D — destylowany.

2.2. Przykład oznaczenia nitrobenzenu technicznego surowego:

NITROBENZEN TECHNICZNY S BN-76/6026-71

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Nitrobenzen techniczny powinien być cieczą przezroczystą, bez osadu, o barwie jasnożółtej.

Dla rodzaju S dopuszcza się zabarwienie jasno-brunatne i zmętnienie.

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

Tablica 1

Cechy	Wymagania	
	rodzaje	
	S	D
a) Odczyn wyciągu wodnego	obejmuje	
b) Gęstość w 20°C, g/cm ³	1,204 ÷ 1,207	1,203 ÷ 1,205
c) Temperatura krystalizacji, °C, nie niższa niż	5,0	5,4
d) Dwunitrobenzenu, %, nie więcej niż	0,2	0,1
e) Niezmitrowanych węglowodorów, % (v/v), nie więcej niż	0,2	brak
f) Wody, %, nie więcej niż	0,5	0,1
g) 2-Nitrotiofenu ¹⁾	—	brak

¹⁾ Wykonuje się tylko na życzenie odbiorcy.

4. PAKOWANIE, PRZECHEWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Nitrobenzen techniczny należy pakować do czystych i suchych bębnow stalowych ocynkowanych, rodzaju 1, odmiany 5 wg BN-69/6046-03, pojemności 200 dm³.

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

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 1 lipca 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu
od dnia 1 czerwca 1977 r. (Dz. Norm. i Miary nr 21/1976 poz. 82)

- c) masę brutto i netto,
- d) nr partii i numer kolejny opakowania,
- e) napis ostrzegawczy OSTROŻNIE — ŚRODEK SZKODLIWY; napis powinien być wykonany czerwonymi literami na białym tle i powinien być większy niż inne napisy,
- f) znak niebezpieczeństwa dla materiałów łatwopalnych wg PN-67/O-79252 p. 2.3.3.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-75/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Nitrobenzen techniczny należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1 w następujących warunkach:

- a) w pomieszczeniach krytych i suchych,
- b) w temperaturze umożliwiającej przechowywanie w stanie ciekłym,
- c) w pomieszczeniach o sprawnej wentylacji wyciągowej,
- d) bębny powinny być ustawiane w pozycji leżącej lub stojącej maksymalnie w trzech warstwach, w przypadku paletyzacji dopuszcza się piętrzenie opakowań do 3 warstw.

4.4. Transport. Nitrobenzen techniczny należy przewozić w opakowaniach wg 4.1 krytymi środkami transportowymi lub w cysternach i autocysternach stalowych zaopatrzonych w węzownice grzejne zgodnie z obowiązującymi Przepisami o przewożeniu materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (kl. IIIa) zarówno koleją, jak i na drogach publicznych.

Bębny należy ładować na środek transportowy zgodnie z aktualną Instrukcją o ładowaniu i wyładunku wagonów towarowych i samochodów ciężarowych w komunikacji wewnętrznej. Opakowania z produktem należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportowego. Dopuszcza się piętrzenie opakowań do pełnego wykorzystania środka transportowego. Opakowania należy zabezpieczyć przed przemieszczaniem się w czasie transportu. Wystające wewnątrz środka transportu śruby, haki, gwoździe i inne ostre części powinny być usunięte lub zabezpieczone, tak aby nie uszkodziły opakowań w czasie transportu.

Znakowanie cystern powinno być zgodne z 4.1 a)÷f). Informacje te powinny być umieszczone na tabliczce trwale przymocowanej do cysterny pod siatką. Wskazane jest umieszczenie znaku niebezpieczeństwa na pobocznicę cysterny.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań — wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaj badań	Grupy badań		Wymagania wg
	pełne	niepełne	
a) Sprawdzanie wymagań ogólnych	+	+	3.1
b) Oznaczanie odczynu wyciągu wodnego	+		3.2 a)
c) Oznaczanie gęstości	+	+	3.2 b)
d) Oznaczanie temperatury krystalizacji	+	+	3.2 c)
e) Oznaczanie zawartości dwinitrobenzenu	+	+	3.2 d)
f) Oznaczanie zawartości nieznitrowanych węglowodorów	+		3.2 e)
g) Oznaczanie zawartości wody	+	+	3.2 f)
b) Oznaczanie 2-nitro-fenolu	+		3.2 g)

+ oznacza obowiązek wykonania oznaczania.

Badanie pełne należy wykonywać okresowo raz na kwartał w celu kontroli produkcji.

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii nitrobenzenu.

5.2. Wielkość partii. Partię nitrobenzenu technicznego stanowi zawartość jednej cysterny lub najwyżej 100 bębnow napełnionych nitrobenzenem jednego rodzaju.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej — wg PN-67/C-04500. Z przedstawionej do badań partii należy wylosować na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wylosowanych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać z całej wysokości słupa cieczy dwie próbki pierwotne, każda o masie co najmniej 100 g. Próbkę z bębnow należy pobierać próbnikiem 1÷3, z cysterny — próbnikiem 3÷4 wg PN-74/C-60008. Połączyć próbki pierwotne tworząc w ten sposób próbkę ogólną, z której po dokładnym jej wymieszaniu pobrać średnią próbkę laboratoryjną, nie mniejszą niż 3000 cm³.

W przypadku cystern wielkość próbki jednostkowej powinna odpowiadać średniej próbce laboratoryjnej.

Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części. Jedną przeznaczyć do wykonania badań, drugą przechowywać do badań rozjemczych przez 3 miesiące, w warunkach zabezpieczających ją przed zmianą własności fizycznych i chemicznych.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie odczynu wyciągu wodnego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz., roztwór 0,5 N.
- Lakmus, roztwór 1-procentowy.
- Wodorotlenek sodowy cz. roztwór 0,5 N.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Do rozdzielacza pojemności 100 cm³ dodać 10 cm³ badanego nitrobenzenu i 25 cm³ wody. Całość wytrząsać energicznie przez około 5 min. Po odstaniu zlać z rozdzielacza dolną warstwę zawierającą nitrobenzen, a górną stanowiącą wyciąg wodny przelać do kolby stożkowej pojemności 250 cm³, dodać 75 cm³ wody i 5 kropli roztworu lakmusu. Jeżeli roztwór zabarwi się na kolor czerwony, dodać 1 kroplę roztworu wodorotlenku sodowego, jeżeli natomiast na kolor niebieski — 1 kroplę roztworu kwasu solnego.

Nitrobenzen należy uznać za obojętny, jeżeli po dodaniu 1 kropli roztworu wodorotlenku sodowego lub kwasu solnego roztwór zmieni barwę z czerwonej na niebieską lub odwrotnie.

5.4.3. Oznaczanie gęstości — wg PN-66/C-04004 p. 2.3.5, po uprzednim wysuszeniu badanego nitrobenzenu w ciągu 4 godz nad wyprażonym chlorem wapniowym i przesączeniu przez bibułę filtracyjną.

5.4.4. Oznaczanie temperatury krystalizacji — wg PN-75/C-04514 z próbki przygotowanej jak w 5.4.3.

5.4.5. Oznaczanie zawartości dwunitrobenzenu

5.4.5.1. Przyrządy. Kolorymetr KF-5 lub inny.

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory

- Aceton cz.d.a.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 2 N.
- m*-Dwunitrobenzen, roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: 1 g wzorca *m*-dwunitrobenzenu wg BN-72/6026-53 ¹⁾ odważyć z dokładnością do 0,0002 g i rozpuścić w nitrobenzenie cz.d.a. w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 g *m*-dwunitrobenzenu.

d) *m*-Dwunitrobenzen, roztwory robocze przygotowane w następujący sposób: do pięciu kolbek pomiarowych pojemności 25 cm³ odmierzyć kolejno po 2,5; 5,0; 7,5; 9,0; 10,0 cm³ roztworu wzorcowego wg poz. c), uzupełnić nitrobenzenem do kreski i dokładnie wymieszać. 1 cm³ tak przygotowanych roztworów zawiera odpowiednio 0,001; 0,002; 0,003; 0,0036; 0,004 g *m*-dwunitrobenzenu.

5.4.5.3. Wyznaczanie krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć pipetą po 1 cm³ kolejnych roztworów roboczych wg 5.4.5.2 d), uzupełnić acetonem do kreski i dobrze wymieszać. Następnie do pięciu cylindrów pomiarowych z korkiem pojemności 25 cm³ wlać po 14,5 cm³ acetonu oraz pipetą 5 cm³ przygotowanego roztworu i 0,5 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego. Cylindry zamknąć korkiem i dobrze wymieszać. Po upływie 30 min wykonać pomiar ich absorbancji na kolorymetrze stosując kuwety 0,5 cm oraz filtr o długości fali 570 lub 550 nm. Jako roztwór porównawczy stosować aceton. Wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi rzędnych wartość absorbancji, a na osi odciętych zawartość *m*-dwunitrobenzenu, (mg).

5.4.5.4. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć pipetą 1 cm³ badanej próbki, uzupełnić acetonem do kreski i dobrze wymieszać. Następnie do cylindra pomiarowego pojemności 25 cm³ wlać 14,5 cm³ acetonu oraz pipetą 5 cm³ roztworu badanej próbki i 0,5 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego. Cylinder zamknąć korkiem i dobrze wymieszać. Po upływie 30 min wykonać pomiar absorbancji w warunkach podawanych w 5.4.5.3.

Zawartość dwunitrobenzenu (*X*) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 100}{1,2}$$

w którym:

- a* — zawartość dwunitrobenzenu odczytana z krzywej wzorcowej, g,
- 1,2 — masa badanego nitrobenzenu po uwzględnieniu gęstości, g.

5.4.5.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,01%.

5.4.6. Oznaczanie zawartości nieznitrowanych węglowodorów. Przeprowadzić destylację wg PN-66/C-04523 z tą różnicą, że kolba oznaczona na rys. A powinna mieć boczny tubus dla umieszczenia termometru. Do kolby wlać 200 cm³ nitrobenzenu przygotowanego jak w 5.4.3. Termometr umieścić, tak aby zbiornik z rtęcią był zanurzony w cieczy. Destylację prowadzić tak długo, aż temperatura cieczy osiągnie 195°C. Następ-

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

nie wyjąć odbieralnik i do zebranego w nim destylatu dodać dwukrotną objętościowo ilość kwasu siarkowego cz. (1,84), silnie skłócić i po rozwarstwieniu zmierzyć objętość nieznitrowanych węglowodorów, znajdujących się pod warstwą kwasu siarkowego. Zawartość nieznitrowanych węglowodorów (X_1) w procentach objętościowych obliczyć wg wzoru

$$X_1 = 0,5 \cdot V$$

w którym V — objętość nieznitrowanych węglowodorów, cm^3 .

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,05%.

5.4.7. Oznaczanie zawartości wody — wg PN-66/C-04523 dla rodzaju S, wg PN-65/C-04086 p. 2.6.2 dla rodzaju D.

5.4.8. Oznaczanie 2-nitrotiofenu

5.4.8.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy rektyfikowany.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a. roztwór 20-procentowy.

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. 5 cm^3 nitrobenzenu umieścić w probówce, dodać 1 cm^3 alkoholu etylowego i 0,5 cm^3 wodorotlenku sodowego. Całość wytrząsać przez 30 s i natychmiast ocenić nieuzbrojonym okiem zabarwienie roztworu.

5.4.8.3. Ocena wyniku. Nitrobenzen odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie mieszaniny w probówce nie różni się od zabarwienia nitrobenzenu bez dodania alkoholu i wodorotlenku sodowego.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie wyników. Przy obliczaniu wyników stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 metoda Z.

5.6. Ocena wyników badań. Nitrobenzen techniczny należy uznać za zgodny z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.4 są zgodne z wymaganiami wg 3.1 i 3.2.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii wysyłkowej wytwórca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność partii z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne, Bydgoszcz.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-61/C-83017

a) wprowadzono dodatkowy parametr — oznaczanie 2-nitrotiofenu.

b) uściślono i uaktualniono postanowienia dotyczące pakowania, przechowywania i transportu.

c) zmieniono metodę oznaczania dwunitrobenzenu.

Dotychczas obowiązująca PN-61/C-83017 zostaje unieważniona z dniem 1 czerwca 1977 r.

3. Normy i dokumenty związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

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

PN-67/C-04563 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-75/C-61514 Oznaczanie temperatury krystalizacji substancji organicznych

PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

PN-74/C-60003 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe drewniane czterowieściowe 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-69/6046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi

BN-72/6026-53 *m*-Dwunitrobenzen

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 4 pkt. 4 DKP

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7.3.1963 r. Monitor Polski nr 24, poz. 123

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz.T. i Z.K. nr 20 poz. 84 z 1968 r.)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r., w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U. PRL nr 35, poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971)

1. Normy zagraniczne

Isdie IS 2630 — 1964 Specification for Nitrobenzene, technical

Rumunia STAS 933-67 Nitrobenzen tehnic

ZSRR ГОСТ 318-56 Нитробензол технический

5. Wzrzec *m*-dwunitrobenzenu — wg BN-72/6026-53 dostarczają Zakłady Chemiczne w Bydgoszczy i ZPB BORUTA.

6. Autorzy projektu normy — mgr inż. Ewa Radzińska, inż. Irena Chudecka — Zakłady Chemiczne, Bydgoszcz.