

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Chlorowodorek aniliny techniczny	6026-68
		Grupa katalogowa X 21

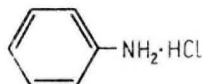
1. WSTĘP

1.1. Przedmiotem normy jest chlorowodorek aniliny techniczny otrzymywany przez działanie chlorowodoru na anilinę.

Chlorowodorek aniliny ma:

a/ wzór sumaryczny C_6H_8NCl

b/ wzór budowy



c/ masę cząsteczkową 129,6 /1970 r./

d/ własności szkodliwe dla zdrowia.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Chlorowodorek aniliny techniczny stosowany jest w przemyśle barwników i produktów organicznych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości chlorowodoru aniliny, zawartości wody, substancji nierozpuszczalnych w wodzie oraz temperatury topnienia różni się dwa gatunki chlorowodoru aniliny technicznego oznaczone cyframi rzymskimi I i II.

2.2. Przykład oznaczenia chlorowodoru aniliny gatunku I:

CHLOROWODOREK ANILINY TECHNICZNY I BN-75/6026-68

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Chlorowodorek aniliny techniczny powinien być

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 2 sierpnia 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 23/1975 poz. 82)

produktem krystalicznym barwy białej z dopuszczalnym odcieniem szarym lub żółtym. Nie powinien zawierać zanieczyszczeń mechanicznych. Chlorowodorek aniliny techniczny przeznaczony na eksport powinien mieć barwę białą.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a/ Zawartość chlorowodoru aniliny, % nie mniej niż	99,0 ¹⁾	98
b/ Zawartość wody, %, nie więcej niż	0,5 ²⁾	1,0
c/ Zawartość siarczanów w przeliczeniu na SO_4^{2-}	wg 5.5.4	
d/ Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,1	0,2
e/ Temperatura topnienia, °C, nie niższa niż	195,0	194,0
¹⁾ Dla produktu przeznaczonego na eksport nie mniej niż 99,8%.		
²⁾ Dla produktu przeznaczonego na eksport nie więcej niż 0,2%.		

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Chlorowodorek aniliny techniczny w ilościach po 40 + 50 kg należy pakować w worki z folii polietylenowej wg BN-70/6414-06 o wymiarach 750 x 1350 mm i symbolu 1364-151-11132 lub innych uzgodnionych między dostawcą i odbiorcą. Worki z folii po napełnieniu i związaniu linką igelitową należy umieszczać w workach z tkaniny polipropylenowej¹⁾ o wymiarach 1050 x 650 mm, zamykanych sposobem zszywania.

Znakowanie opakowań należy wykonywać wg PN-67/O-79252. Napisy należy umieścić na etykiecie dwustronnie. Etykieta powinna być zapakowana w kopertę z przezroczystej folii i przyszyta trwale jednym z boków do szwu worka z tkaniny polipropylenowej. Napisy powinny być trwałe i widoczne i powinny zawierać co najmniej:

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

- a/ nazwę lub znak wytwórni,
- b/ oznaczenie wg 2.2,
- c/ numer partii produkcyjnej,
- d/ masę brutto i netto,
- e/ datę produkcji,
- f/ napis ostrzegawczy - OSTROŻNIE, ŚRODEK SZKODLIWY, CHRONIĆ DROGI ODDECHOWE I POKARMOWE.

Napis ostrzegawczy powinien być wykonany czerwonymi literami na białym tle i powinien być większy niż inne napisy.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach wg PN-68/M-78216. Ładunek na paletach należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Chlorowodorek aniliny techniczny w opakowaniach wg 4.1 należy przechowywać w krytych pomieszczeniach magazynowych wyposażonych w urządzenia wentylacyjne, w odległości około 0,5 m od ścian magazynu i od urządzeń grzejnych, wodno-kanalizacyjnych, od instalacji elektrycznych i innych.

4.4. Transport. Chlorowodorek aniliny techniczny opakowany wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu zabezpieczającymi produkt przed wpływami atmosferycznymi. Środek przewożony przed załadunkiem należy przygotować usuwając gwoździe, zabezpieczając śruby, haki itp. wystające części, które mogą spowodować uszkodzenie opakowań. Opakowania z chlorowodorkiem aniliny technicznym należy układać warstwami na całej powierzchni środka przewozowego. Ewentualne luki zabezpieczyć materiałem wyściółkowym tak, aby stanowiły zwartą całość zabezpieczoną przed przemieszczaniem się.

W transporcie kolejowym opakowania z chlorowodorkiem aniliny technicznym należy ładować do granic wykorzystania wagonu zgodnie z przepisami kolejowymi^{1/}. W transporcie samochodowym opakowania z chlorowodorkiem aniliny technicznym należy ładować zgodnie z instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep^{1/}.

^{1/} Patrz Informacje dodatkowe.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a/ sprawdzanie wyglądu zewnętrznego /3.1/,
- b/ oznaczanie zawartości chlorowodoru aniliny /3.2a/,
- c/ oznaczanie zawartości wody /3.2b/,
- d/ oznaczanie zawartości siarczanów /3.2c/,
- e/ oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie /3.2d/,
- f/ oznaczanie temperatury topnienia /3.2e/.

5.2. Przygotowanie partii do badań. Partię stanowi określona ilość chlorowodoru aniliny technicznego jednego gatunku, nie większa niż 10 000 kg.

Każda partia chlorowodoru aniliny technicznego przeznaczonego do badań powinna być umieszczona oddzielnie. Opakowania powinny być rozmieszczone w taki sposób, aby możliwy był dostęp do każdego z nich.

5.3. Pobieranie próbek. Próbki chlorowodoru aniliny technicznego należy pobierać i przygotowywać zgodnie z PN-67/C-04500. Z przedstawionej do badania partii należy wybrać sposobem losowym na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek
do 6	wszystkie
7 + 15	6
16 + 25	9
26 + 63	12
64 + 160	14
161 + 250	15

Z każdego wybranego opakowania należy pobrać co najmniej 2 próbki pierwotne próbnikiem nr 15 wg PN-74/C-60008, z całej grubości warstwy produktu. Masa próbki pierwotnej powinna wynosić co najmniej 200 g. Próbki pierwotne należy zsytać na czyste miejsce zabezpieczone przed zanieczyszczeniem produktu i dokładnie wymieszać.

Z otrzymanej w ten sposób próbki ogólnej wyodrębnić średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 400 g. Próbkę tę podzielić na dwie równe części i umieścić w dwóch słoikach z ciemnego szkła z doszlifowanymi korkami. Produkt do słoików należy nasypywać małymi porcjami, umieszczając je na przemian w każdym ze słoików, aż do napełnienia. Po napełnieniu słoiki należy zabezpieczyć, aby była zagwarantowana identyczność próbek. Na każdym słoiku należy umieścić wyraźny napis zawierający:

- a/ nazwę lub znak wytwórni,
- b/ oznaczenie wg 2.2,
- c/ jednoznaczne określenie partii /nr partii, datę wyprodukowania itp./,
- d/ nazwisko pobierającego próbkę,
- e/ datę i miejsce pobrania próbki.

Jedną z tak przygotowanych próbek należy przeznaczyć do wykonania badań, a drugą do analizy rozjemczej i przechowywać nie krócej niż 3 miesiące.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości chlorowodoru aniliny

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- a/ Bromian - bromek potasowy, roztwór 0,1 N, przygotowany w następujący sposób: 2,78 g bromianu potasowego cz.d.a. i 10 g broku potasowego cz.d.a. rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ i pozostawić na 24 godz.
- b/ Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy, nie zawierający jodu.
- c/ kwas solny cz.d.a. /1,18/.
- d/ Skrobia cz., roztwór 1-procentowy.
- e/ Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 4 g badanego chlorowodoru aniliny umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³, rozpuścić w wodzie, dopełnić do kreski i dokładnie wymieszać. Pobrać pipetą z kolby 25 cm³ otrzymanego roztworu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ z doszlifowanym korkiem, dodać 50 cm³ roztworu wg 5.4.2.1a/ i 5 cm³ kwasu solnego. Kolbę szybko zamknąć korkiem, dobrze wymieszać jej zawartość i pozostawić w spokoju na 5 min. Następnie dodać 25 cm³ roztworu jodku potasowego, ponownie zamknąć kolbę korkiem i odstawić na 5 min. Po upływie tego czasu wydzielony jod

odmiareczkować 0,1 N roztworem tiosiarczanu sodowego do wystąpienia lekko żółtego zabarwienia, a następnie dodać 2 + 3 cm³ roztworu skrobi i miareczkować dalej do odbarwienia roztworu. Jednocześnie należy wykonać ślełą próbę w następujący sposób: do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ wlać za pomocą pipety 25 cm³ wody, 50 cm³ roztworu wg 5.4.2.1a/, 25 cm³ jodku potasowego i 5 cm³ kwasu solnego.

Kolbę szybko zamknąć i odstawić na 15 min. Po upływie tego czasu miareczkować ślełą próbę 0,1 N roztworem tiosiarczanu sodowego. Pod koniec miareczkowania, kiedy barwa miareczkowanego roztworu przejdzie stopniowo z brązowej w słomkowożółtą, dodać 1 + 5 kropli roztworu skrobi i miareczkować dalej do odbarwienia roztworu.

Zawartość chlorowodorku aniliny $[X_1]$ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,0021598 \cdot 100 \cdot (V_1 - V_2) \cdot 1000}{m \cdot 25} = \frac{5,6392 \cdot (V_1 - V_2)}{m}$$

w którym:

V_1 - objętość ściśle 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próby, cm³,

V_2 - objętość ściśle 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania roztworu z badanym chlorowodorkiem aniliny, cm³,

m - odważka badanej próbki, g,

0,0021598 - ilość chlorowodorku aniliny odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 N roztworu wg 5.4.2.1a/.

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

5.4.3. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać wg PN-66/C-04523.

5.4.4. Oznaczanie zawartości siarczanów w przeliczeniu na SO_4^{2-}

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

a/ Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b/ Chlorowodorek aniliny cz.d.a.

c/ Roztwór wzorcowy zawierający 1 mg SO_4^{2-} w 1 cm³ przygotowany wg PN-68/C-06500 p.3.2.1.42.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego chlorowodoru aniliny odważonego z dokładnością do 0,0002 g umieścić w kelbie stożkowej pojemności 50 cm³ i rozpuścić w 10 cm³ wody. Otrzymany roztwór przesączyć i przesącz wlać do probówki kolorymetrycznej z bezbarwnego szkła. Probówkę w razie potrzeby dopełnić wodą z przemycia sączka do objętości 10 cm³ i wymieszać jej zawartość. Następnie dodać 1 cm³ roztworu chlorku barowego i porównać powstałe zmętnienie ze zmętnieniem roztworu porównawczego, przygotowanego w takiej samej probówce kolorymetrycznej zawierającej: 9 cm³ wody, 1 g chlorowodoru aniliny cz.d.a. i 1 cm³ roztworu wzorcowego wg 5.4.4.1c/.

Zmętnienie badanego roztworu nie powinno być intensywniejsze niż zmętnienie roztworu wzorcowego, co oznacza, że badany chlorowodorek aniliny techniczny zawiera nie więcej niż 0,1% siarczanów w przeliczeniu na SO₄²⁻.

5.4.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.4.5.1. Wykonanie oznaczania. Około 10 g badanego chlorowodoru aniliny technicznego, odważonego z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w kelbie stożkowej pojemności 250 cm³ w 200 cm³ wody. Otrzymany roztwór przesączyć przez uprzednio wysuszony i zważony do stałej masy tygiel z filtrem ze spiekane szkła nr G3. Pozostałość w tyglu przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorowy, badając przesącz roztworem azotanu srebra, a następnie tygiel wraz z pozostałością wysuszyć do stałej masy w temperaturze 100 ± 3°C.

Zawartość substancji rozpuszczalnych w wodzie $[X_2]$ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100$$

w którym:

m_1 - masa tygla z pozostałością, g,

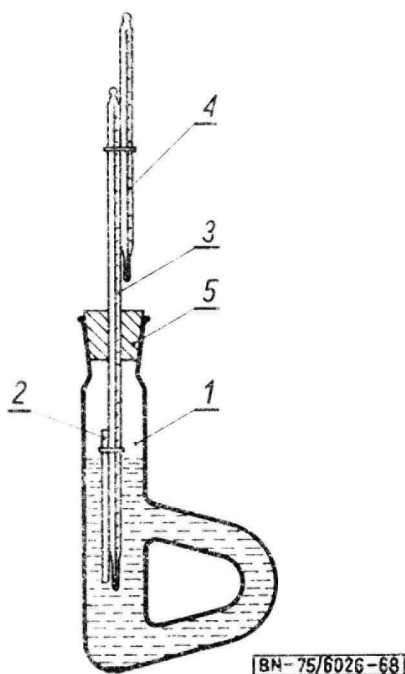
m_2 - masa tygla, g,

m - masa badanego chlorowodoru aniliny, g.

5.4.5.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch kolejnych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,02%.

5.4.6. Oznaczanie temperatury topnienia

5.4.6.1. Przyrządy - wg rysunku na str. 8.



Zestaw do oznaczania temperatury topnienia

1 - aparat Thielego, 2 - kapilara szklana o średnicy około 1 mm, 3 - termometr o zakresie pomiarowym $150 \pm 200^{\circ}\text{C}$ z podziałką co $0,1^{\circ}\text{C}$, 4 - termometr o zakresie pomiarowym $0 \pm 50^{\circ}\text{C}$ z podziałką co 1°C , 5 - korek z otworem na termometr.

Dopuszcza się do oznaczania temperatury topnienia stosowanie metod instrumentalnych, np. kriometrów elektrycznych. Metody te w przypadku analizy rozjemczej powinny być uzgodnione między producentem a odbiorcą chlorowodoru aniliny technicznego.

5.4.6.2. Przygotowanie próbki do oznaczania. Około 1 g badanego chlorowodoru aniliny technicznego utrzyć w moździerzu porcelanowym, wysuszyć w ciągu 1 godz w temperaturze 100°C do stałej masy i ostudzić w eksykatorze.

5.4.6.3. Wykonanie oznaczania. Aparat Thielego /1/ napęlnić kwasem siarkowym. Do nóżki termometru /3/ przymocować za pomocą gumki kapilarę / 2 /

napelnioną przygotowanym wg 5.4.6.2 badanym chlorowodorkiem aniliny. Zestawić przyrząd wg rysunku, przy czym termometr /4/ umocować tak, aby jego zbiornik rtęci znajdował się mniej więcej w połowie wysokości słupa rtęci termometru /3/ wystającego ponad korek /5/ w czasie oznaczania temperatury topnienia. Po wykonaniu tych czynności aparat należy ogrzewać płomieniem palnika w ten sposób, aby temperatura podniosła się w ciągu 10 ± 15 min do temperatury niższej o 20 ± 30°C od przewidywanej temperatury topnienia. Dalszy wzrost temperatury powinien wynosić 2°C na minutę aż do temperatury około 5°C niższej od przewidywanej temperatury topnienia. W granicach ostatnich 5°C temperatura powinna wzrastać o 0,5°C na minutę. Gdy badana substancja stanie się płynna, odczytać temperaturę na obu termometrach i odstawić palnik.

Temperaturę topnienia / T / obliczyć w °C wg wzoru

$$T = t + [0,00016 \cdot (t - t_1) / h]$$

w którym:

t - odczytana temperatura topnienia, °C,

t_1 - temperatura otoczenia mierzona w pobliżu połowy wysokości słupka rtęci wystającego ponad korek, °C,

h - wysokość słupka rtęci wystającego ponad korek na termometrze /3/, °C,

0,00016 - współczynnik pozornej rozszerzalności rtęci w szkło.

5.4.6.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,4°C.

5.5. Zapisywanie i zaokrąglanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń wykonać wg PN-70/N-02120 p.3.3.2.

5.6. Ocena wyników badań. Chlorowodorek aniliny techniczny należy uznać za zgodny z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg rozdz. 5, są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

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

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Dolnośląskie Zakłady Chemiczne w Żarowie.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-64/C-88008

- a/ zmieniono rodzaj opakowań,
- b/ wprowadzono konieczność stosowania napisów ostrzegawczych na opakowaniach,
- c/ rozszerzono wymagania dotyczące przechowywania i transportu,
- d/ wprowadzono konieczność stosowania przepisów kolejowych i samochodowych podczas ładowania i rozładowywania środków transportowych.

Dotychczas obowiązująca PN-64/C-88008 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1976 r.

3. Normy i dokumenty związane

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

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

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-68/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe drewniane czterowieciowe bez skrzydeł 800 x 1200

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

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

BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 /do art. 27, ust.4 pkt.4 DPK/

Instrukcja o ładowaniu i rozładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r.

4. Worki z tkaniny polipropylenowej - wg ZN-71/MPL-05-040 Worki z tkanin polipropylenowych i polietylenowych. Stopnie jakości.

5. Autor projektu normy - Anna Bryg - Dolnośląskie Zakłady Chemiczne w Żarowie.