

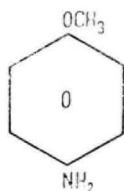
|                        |                            |                                     |
|------------------------|----------------------------|-------------------------------------|
| PRODUKTY<br>ORGANICZNE | NORMA BRANŻOWA             | <b>BN-74</b>                        |
|                        | <b>Produkty organiczne</b> | <b>6026-16</b>                      |
|                        | <b><i>p</i>-Anizydyna</b>  | Zamiast<br>BN-64/6026-16            |
|                        |                            | Grupa katalogowa X 21 <sup>1)</sup> |

**1. WSTĘP**

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest *p*-anizydyna techniczna otrzymywana przez redukcję *p*-nitroanizolu, stosowana jako półprodukt w przemyśle barwników.

*p*-Anizydyna ma:

- a) wzór sumaryczny:  $C_7H_9NO$
- b) wzór budowy:



c) masę cząsteczkową: 123,15 (1958),

d) nazwa systematyczna: 1-metoksy-4-amino-benzen.

**1.2. Normy związane**

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

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-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

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

BN-69/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obrotami wytłaczanymi

BN-69/5046-03 Opakowania transportowo-metalowe. Bębny ciężkie z obrotami nasadzonymi

**2. OZNACZENIE**

*p*-ANIZYDYNA BN-74/6026-16  
SWW 1242-481

**3. WYMAGANIA**

**3.1. Wygląd zewnętrzny.** *p*-Anizydyna techniczna powinna mieć postać łusek o szarobrazowym zabarwieniu.

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

**Tablica 1**

Wymagania

| Wymagania                                      |      |
|------------------------------------------------|------|
| a) <i>p</i> -Anizydyny, %, nie mniej niż       | 98,6 |
| b) <i>p</i> -Chloroaniliny, %, nie więcej niż  | 1    |
| c) <i>o</i> -Anizydyny, %, nie więcej niż      | 0,5  |
| d) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż | 57   |
| e) Wody, %, nie więcej niż                     | 0,1  |

**4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT**

**4.1. Pakowanie.** *p*-Anizydynę należy ładować do bębnow metalowych ocynkowanych z obrotami wytłaczanymi z dnem zdejmowanym pojemności 200 dm<sup>3</sup> wg BN-69/5046-01 oraz do bębnow metalowych ocynkowanych z obrotami nasadzonymi z dnem zdejmowanym pojemności 200 dm<sup>3</sup> wg BN-69/5046-03. Opakowania powinny być szczelnie zamknięte. Znaki i znakowanie należy wykonać zgodnie z PN-67/O-79252 w sposób widoczny, umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2,
- c) numer partii i datę produkcji,
- d) masę brutto i netto.

<sup>1)</sup> Symbol wg SWW: 1242-481.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA  
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 4 lutego 1974 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1975  
(Dz. Norm. i Miar nr 17/1974 poz. 57)

Pakowanie i znakowanie partii eksportowych należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

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

**4.3. Przechowywanie.** *p*-Anizydynę należy magazynować w zbiornikach i bębnach ocynkowanych, w pomieszczeniach krytych.

**4.4. Transport** *p*-anizydyny może odbywać się dowolnym środkiem transportu. Przy przewozie kolejną należy ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając opakowany wg 4.1 produkt przed przemieszczaniem się w czasie transportu w sposób zgodny z przepisami kolejowymi<sup>1)</sup>. W transporcie samochodowym produkt należy ładować zgodnie z instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep<sup>1)</sup>.

## 5. BADANIA

**5.1. Rodzaje badań.** Badania obejmują:

- sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie zawartości *p*-anizydyny (3.2a),
- oznaczanie zawartości *p*-chloroaniliny (3.2b),
- oznaczanie zawartości *o*-anizydyny (3.2c),
- oznaczanie temperatury krzepnięcia (3.2d),
- oznaczanie zawartości wody (3.2e).

**5.2. Wielkość partii.** Partię *p*-anizydyny stanowi najwyżej 100 opakowań.

**5.3. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady podane w PN-67/C-04500. Z każdej partii w zależności od liczności opakowań należy wybrać losowo następujące liczby opakowań jednostkowych do pobierania próbek (tabl. 2).

Tablica 2

| Liczba opakowań w partii | Liczba opakowań, jaką należy wybrać do pobierania próbek |
|--------------------------|----------------------------------------------------------|
| do 5                     | wszystkie                                                |
| 6 ÷ 15                   | 5                                                        |
| 16 ÷ 25                  | 7                                                        |
| 26 ÷ 63                  | 8                                                        |
| 64 ÷ 100                 | 9                                                        |

Próbki z opakowań jednostkowych należy pobierać zgłębnikiem 1 wg PN/C-60010. Ilość pobieranych prób pierwotnych z jednego opakowania powinna być taka, żeby masa próbki ogólnej nie była mniejsza niż 2000 g. Próbkę ogólną po wymieszaniu należy podzielić na dwie części. Część tak przygotowanej średniej próbki laboratoryjnej, w ilości nie mniejszej niż 500 g, należy przechowywać do analizy kontrolnej przez 3 miesiące

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe.

od daty wysłania produktu, próbki partii eksportowych — przez 6 miesięcy w słoikach z doszlifowanym korkiem.

### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego** wykonać przez oględziny.

#### 5.4.2. Oznaczanie zawartości *p*-anizydyny

##### 5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz. (1,18).
- Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 1n.
- Bromek potasowy cz., roztwór 10-procentowy.
- Papierki jodokrobieowe.

**5.4.2.2. Wykonanie oznaczania.** Około 5 g *p*-anizydyny technicznej, odważonej z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w zlewce pojemności 1000 cm<sup>3</sup> w 25 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i 500 cm<sup>3</sup> wody, dodać 10 cm<sup>3</sup> bromku potasowego i miareczkować roztworem azotynu sodowego w temperaturze poniżej 10°C. Koniec miareczkowania sprawdza się papierkiem jodokrobieowym po 10 min od dodania ostatniej porcji azotynu sodowego. Miareczkowanie należy uważać za zakończone, gdy papierek ulegnie trwałemu ciemnemu zabarwieniu.

Zawartość *p*-anizydyny ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,1232 \cdot V \cdot 100}{m}$$

w którym:

- $V$  — objętość ściśle 1n roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,  
 $m$  — odważka *p*-anizydyny, g,  
 0,1232 — ilość *p*-anizydyny odpowiadająca ściśle 1 cm<sup>3</sup> 1n roztworu azotynu sodowego, g.

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

**5.4.3. Oznaczanie zawartości *p*-chloroaniliny i *o*-anizydyny metodą chromatografii cienkowarstwowej**

**5.4.3.1. Zasada metody** polega na rozdziale metodą chromatografii cienkowarstwowej roztworu *p*-anizydyny, wywołaniu chromatogramu przez zdwuazowanie tlenkami azotu i sprzęgnięcie z dwuchlorowodorkiem N-1-naftyloetylenodwuami-ny oraz porównaniu zawartości *p*-chloroaniliny i *o*-anizydyny w badanej próbce ze skalą wzorcową.

##### 5.4.3.2. Aparatura

- Płytki szklane o wymiarach 20×20 cm.
- Cylindry pomiarowe lub próbówki z doszlifowanym korkiem pojemności 10 lub 20 cm<sup>3</sup>.
- Mikrostrzykawka pojemności 10 mm<sup>3</sup> lub 20 mm<sup>3</sup> bądź mikropipeta z działką co 1 mm<sup>3</sup>.

d) Dwie komory chromatograficzne — naczynia szklane z pokrywą, o wymiarach minimum  $15 \times 22 \times 25$  cm.

#### 5.4.3.3. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy cz.d.a. bezwodny lub aceton cz.d.a.

b) Chlorobenzen cz. lub chlorobenzen + etanol bezwodny (10:1).

c) Dwuchlorowodorek N-1-naftyloetylenodwuaminy cz.d.a., 0,5-procentowy roztwór alkoholowy lub sól sodowa kwasu R, roztwór 1-procentowy w 25-procentowym roztworze amoniaku.

d) Azotyn sodowy cz.

e) Kwas solny cz. roztwór 10-procentowy.

f) Żel krzemionkowy z gipsem firmy Merck.

g) p-Chloroanilina cz.d.a.

h) p-Anizydyna cz.d.a.

**5.4.3.4. Przygotowanie roztworu wzorcowego p-chloroaniliny.** Odważyć 0,02 g p-chloroaniliny z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i uzupełnić alkoholem etylowym lub acetonem do kreski. 1 cm<sup>3</sup> tak przygotowanego roztworu zawiera 0,0002 g p-chloroaniliny.

**5.4.3.5. Przygotowanie roztworu wzorcowego o-anizydyny.** Odważyć 0,01 g o-anizydyny z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i uzupełnić alkoholem etylowym lub acetonem do kreski. 1 cm<sup>3</sup> tak przygotowanego roztworu zawiera 0,0001 g o-anizydyny.

**5.4.3.6. Przygotowanie płytek do chromatografii.** W zlewce pojemności około 25 cm<sup>3</sup> odważyć 4 g żelu krzemionkowego z dokładnością do 0,1 g, dodać 12 cm<sup>3</sup> wody i dokładnie wymieszać na jednolitą zawiesinę. Pokryć nią równomiernie płytkę szklaną i pozostawić na 1 godz w celu związania warstwy adsorpcyjnej z płytką. Następnie płytkę aktywować przez wygrzewanie w suszarce w temperaturze  $105 \div 110^\circ\text{C}$  w ciągu 1 godz. Po upływie tego czasu wstawić płytkę do pojemnika hermetycznie zamkniętego w celu zabezpieczenia przed wilgocią. Tak przygotowaną płytkę używać można w ciągu 3 dni.

**5.4.3.7. Przygotowanie komory chromatograficznej.** Do wypoziomowanej i wyłożonej bibułą filtracyjną komory chromatograficznej wprowadzić chlorobenzen lub chlorobenzen + etanol bezwodny (10:1) w takiej ilości, aby stanowił warstwę grubości 1 cm. Komorę zamknąć pokrywą i pozostawić w temperaturze pokojowej przez co najmniej 1 godz w celu nasycenia parami.

**5.4.3.8. Wykonanie oznaczania.** W naczyniu wagowym odważyć 2 g p-anizydyny z dokładno-

ścią do 0,0002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i uzupełnić alkoholem etylowym lub acetonem do kreski. Roztwór badanej p-anizydyny i wzorce p-chloroaniliny oraz o-anizydyny nanosić na płytki chromatograficzne za pomocą mikrostrzykawki lub mikropipety po 5 mm<sup>3</sup>. Roztwory te nanosić na płytki chromatograficzne w taki sposób, aby powstała mała plamka o średnicy nie większej niż 6 mm. Plamki nanosić w odległości 2,5 cm od dolnej krawędzi płytki i nie mniejszej niż 2,5 cm od boku płytki. Odległość między plamkami powinna wynosić 2 cm. Na płycie w odległości 15 cm od punktu naniesienia zaznaczyć drogę rozwijania chromatogramu. Płytkę umieścić w komorze chromatograficznej na czas potrzebny do rozwinięcia chromatogramu na wyznaczonej drodze. Następnie wyjąć płytkę, 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 płytkę z komory, usunąć nadmiar tlenków azotu strumieniem powietrza i spryskać równomiernie roztworem dwuchlorowodoru N-1-naftyloetylenodwuaminy. Porównać intensywność zabarwienia plamki p-chloroaniliny i o-anizydyny w badanej p-anizydynie z intensywnością odpowiedniego wzorca.

**5.4.3.9. Wynik.** p-Anizydyna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie plamki p-chloroaniliny o-anizydyny w badanej próbce jest równe lub mniej intensywne niż zabarwienie plamki odpowiedniego wzorca.

**5.4.4. Oznaczanie temperatury krzepnięcia** należy wykonać zgodnie z PN/C-04514 po uprzednim wysuszeniu p-anizydyny do stałej masy w eksykatorze próżniowym.

**5.4.5. Oznaczanie zawartości wody** należy wykonać wg PN-65/C-04086, odważając do analizy 5 g badanej p-anizydyny rozpuszczonej w 10 cm<sup>3</sup> bezwodnego metanolu.

**5.5. Zaokrąglanie 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.** Partie p-anizydyny należy uznać za zgodne z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań podanych w 5.1 są zgodne z wymaganiami w 3.2.

**5.7. Zaświadczenie o wynikach badań.** Każda partia wysłanej p-anizydyny powinna mieć zaświadczenie o wynikach badań stwierdzających zgodność z wymaganiami normy.

KONIEC

**1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6026-16**

a) rozszerzono zakres wymagań technicznych o parametr określający zawartość *p*-chloroaniliny i *o*-anizydyny oznaczonych metodą chromatografii cienkowarstwowej,

b) podwyższono zawartość *p*-anizydyny do 98,6% oraz temperaturę krzepnięcia do 57°C,

c) obniżono zawartość wody z max 0,2% do max 0,1%,

d) zrezygnowano z oznaczania części nierozpuszczalnych w kwasie solnym.

**2. Odpowiedniki w normach zagranicznych**

India IS: 5646-1970 SPECIFICATION FOR *p*-ANISIDINE — norma nierównoważna.

NRD TGL 7164 *p*-ANISIDIN — norma nierównoważna.

**3. Istniejące przepisy kolejowe i samochodowe**

a) Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27 ust. 4 p. 4 DKP),

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

**ERRATA DO BN-74/6026-16**

Na str. 3, łam lewy, wiersz 26 od góry (p. 5.4.3.5)  
zamiast 110,01 g powinno być 0,01 g.