

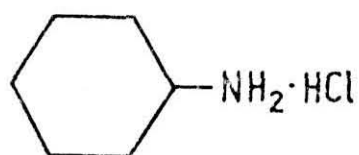
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Odczynniki	6193-56
	Chlorowodorek aniliny	Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest chlorowodorek aniliny stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorowodorek aniliny ma:

- a) wzór ogólny — $C_6H_5NH \cdot HCl$,
- b) wzór budowy,



- c) masę cząsteczkową — 129,58.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki chlorowodoru aniliny:

- cz.d.a. — czysty do analizy,
- cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia chlorowodoru aniliny czystego do analizy:

CHLOROWODOREK ANILINY cz.d.a.
BN-74/6193-56

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorowodorek aniliny powinien mieć postać białych blaszkowatych kryształów lub proszku o żółtawym lub szarawym odcieniu, powinien być dobrze rozpuszczalny w wodzie, trudniej w alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Chlorowodoru aniliny, %, nie mniej niż	99,5	98,5
b) Temperatura topnienia, °C	197,5	199
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,01	0,05
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,001	0,005
e) Pozostałości po wyprężeniu (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,01	0,05

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
f) Metali ciężkich (Pb), %, nie więcej niż	0,002	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Chlorowodorek aniliny należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętkami z tworzywa sztucznego z podkładką polietylenową wg PN-70/C-80001 p. 3.1.3 tabl. 2 lp. 6c).

Masa netto: 100, 250, 500, 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj opakowania.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości chlorowodoru aniliny (3.2a),
- b) oznaczanie temperatury topnienia (3.2b),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2f).

5.2. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Średnia próbka laboratoryjna powinna wynosić co najmniej 170 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości chlorowodoru aniliny

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 4n.
- b) Jodek potasowy cz.d.a., zawierający w 3 cm³ wody 2 g jodku potasowego.
- c) Bromek — bromian potasowy — roztwór 0,1n przygotowany wg PN-68/C-06500.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 10 października 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1975 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 2/1975 poz. 4)

d) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 n.

e) Skrobia cz., roztwór 0,5-procentowy.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,2500 g chlorowodorku aniliny rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski. 20 cm³ otrzymanego roztworu przenieść do kolby stożkowej pojemności 400 ÷ 500 cm³ z doszlifowanym korkiem, dodać z biurety 35 cm³ roztworu bromku-bromianu potasowego i 10 cm³ roztworu kwasu solnego, wymieszać i pozostawić w spokoju na 10 min.

Następnie szybko dodać po ścianie kolby, mieszając 3 cm³ roztworu jodku potasowego i odstawić na 5 min w ciemnym miejscu. Wydzielony jod odmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi.

Zawartość chlorowodorku aniliny (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(35 - V) \cdot 0,0021598 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 20} = \frac{1,0799 \cdot (35 - V)}{m}$$

w którym:

35 — objętość ściśle 0,1n roztworu bromku-bromianu potasowego, cm³,

V — objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, zużytego do miareczkowania, cm³,

0,0021598 — ilość chlorowodorku aniliny odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu bromku-bromianu potasowego, g.

m — odważka badanego chlorowodorku, g.

Metoda dopuszcza 0,5% błęd.

5.3.2. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać wg PN/C-04513.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 10,00 g badanego chlorowodorku aniliny rozpuścić w zlewce w 100 cm³ wody.

Roztwór przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość w tyglu przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jony Cl⁻ i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Badany odczynnik odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 1 mg,

dla odczynnika cz. — 5 mg.

5.3.4. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony SO₄²⁻ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 ÷ 990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO₄²⁻.

c) Roztwór chlorowodorku aniliny nie zawierający SO₄²⁻ przygotowany w następujący sposób: 15,00 g badanego chlorowodorku aniliny rozpuścić w 120 cm³ wody, dodać 7,5 cm³ roztworu chlorku barowego i pozostawić na 18 ÷ 20 godz. Roztwór po odstaniu zdekantować przez sączek i stosować do przygotowania każdego roztworu porównawczego 42,5 cm³ przesączu.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego chlorowodorku aniliny rozpuścić w 50 cm³ wody, przesączyć i dodać 2,5 cm³ roztworu chlorku barowego.

Badany odczynnik odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w badanym roztworze zmętnienie po upływie jednej godziny nie będzie silniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego zawierającego w takiej samej objętości 42,5 cm³ roztworu chlorowodorku aniliny nie zawierającego SO₄²⁻ oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SO₄²⁻,

dla odczynnika cz. — 0,25 mg SO₄²⁻.

5.3.5. Oznaczanie pozostałości po wyprażeniu (jako siarczany). 10,00 g badanego chlorowodorku aniliny umieścić w uprzednio zważonym tyglu, ostrożnie dodać 2 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) i ogrzewać na łaźni piaskowej do ustania wydzielania się dymów kwasu siarkowego, a następnie wyprażyć do stałej masy.

Badany odczynnik odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 1 mg,

dla odczynnika cz. — 5 mg.

5.3.6. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego chlorowodorku aniliny rozpuścić w 30 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany chlorowodorek aniliny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,04 mg Pb²⁺.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-53/C-80544

a) wprowadzono oznaczanie metali ciężkich dla odczynnika cz.d.a.,

b) znowelizowano metody badań.

Dotychczas obowiązująca PN-53/C-80544 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1975 r.

3. Normy związane

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

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

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

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej