

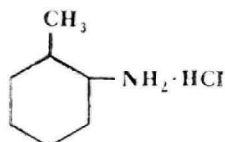
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72 6026-51
	Produkty organiczne	
	Chlorowodorek <i>o</i> -toluidyny	Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chlorowodorek *o*-toluidyny, sól otrzymywana przez działanie gazowego chlorowodoru na *o*-toluidynę. Sól ta ma:

a) wzór ogólny $C_7H_9N \cdot HCl$,

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 143,62 (1965 r.).

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Chlorowodorek *o*-toluidyny jest stosowany w przemyśle barwników i półproduktów organicznych.

1.3. Normy związane

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

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

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

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawalkach

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

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

PN-68/O-79352 Opakowania transportowe drewniane. Beczki i komplety beczkowe do produktów stałych, sypkich i mazistych

2. OZNACZENIE

CHLOROWODOREK *o*-TOLUIDYNY BN-72/6026-51
SWW 1242-237

¹⁾ Symbol wg SWW: 1242-237.

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Chlorowodorek *o*-toluidyny powinien mieć postać krystaliczną, barwę jasnoszarą z dopuszczalnym odcieniem żółtawym, ciemniejącą pod wpływem światła.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Tablica 1

Wymagania	
a) Temperatura topnienia, °C, nie niższa niż	213
b) Sumaryczna zawartość chlorowodorków amin, %, nie mniej niż	99
c) Wody, %, nie więcej niż	0,5
d) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,1

3.3. Trwałość. Chlorowodorek *o*-toluidyny przechowywany wg 4.2 nie powinien zmieniać swoich właściwości podanych w 3.2 przez okres 3 miesięcy od daty wyprodukowania.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Chlorowodorek *o*-toluidyny należy pakować po 50 kg w worki z folii polietylenowej o wymiarach 290 × 310 × 1350 mm. Worki te po zawiązaniu linką igielitową należy umieszczać w beczkach drewnianych, sosnowych lub świerkowo-jodłowych, jakości II, odmiany S, pojemności 115 dm³ wg PN-68/O-79352.

Każde opakowanie transportowe powinno być oznakowane zgodnie z PN-67/O-79252. Treść oznakowania powinna zawierać co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2,
- numer partii,
- numer opakowania w partii,
- masę brutto i netto,
- ~~znak~~ Kontroli Jakości,

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika” dnia 9 kwietnia 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1973 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 8/1972 poz. 13)

g) datę produkcji,

h) 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. Opakowania powinny być czyste, a wszystkie umieszczone na nich znaki czytelne i dobrze widoczne.

Opakowanie i znakowanie chlorowodoru *o*-toluidyny, przeznaczonego na eksport, powinno być każdorazowo uzgodnione z eksporterem.

4.2. Przechowywanie. Chlorowodorek *o*-toluidyny powinien być przechowywany w magazynach krytych, z dala od urządzeń wodno-kanalizacyjnych i od instalacji elektrycznych.

4.3. Transport. Chlorowodorek *o*-toluidyny w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu, zabezpieczającymi produkt przed wpływami atmosferycznymi. Przy przewozie koleją opakowania z chlorowodorkiem *o*-toluidyny należy ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając je przed przemieszczaniem się podczas transportu zgodnie z przepisami kolejowymi.¹⁾

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie temperatury topnienia,
- oznaczanie sumarycznej zawartości chlorowodorków amin,
- oznaczanie wody,
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie.

5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbkę chlorowodoru *o*-toluidyny należy pobierać i przygotowywać zgodnie z PN-67/C-04500. Do pobierania próbek należy używać zgłębnika nr 5 wg PN/C-60010. Masa próbki pierwotnej powinna wynosić co najmniej 100 g.; liczba próbek pierwotnych co najmniej 2 z każdego opakowania wylosowanego do pobrania próbek. Opakowania, z których mają być pobrane próbki pierwotne, należy pobrać losowo.

W zależności od liczby opakowań w partii należy pobrać z niej liczbę opakowań jednostkowych do pobrania próbek wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy pobrać do pobrania próbek
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
powyżej 250	16

Z próbek jednostkowych sporządzić próbkę ogólną i zmniejszyć ją w sposób dowolny do ilości około 200 g, która stanowić będzie średnią próbkę laboratoryjną.

Próbkę przeznaczoną do analizy rozjemczej przechowywać w miejscu specjalnie do tego celu przeznaczonym, gwarantującym pozostanie jej w stanie niezmienionym pod względem fizycznym i chemicznym przez okres 3 miesięcy.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie temperatury topnienia

5.3.1.1. Przyrządy

- Aparat Thielego 1.
- Kapilara 2 długości około 40 ÷ 45 mm i średnicy około 1 mm, zatopiona z jednego końca.
- Termometr 3 o zakresie pomiarowym od 200 do 250°C z działką elementarną 0,1°C.
- Termometr 4 o zakresie pomiarowym od 0 do 50°C z działką elementarną 0,1°C.
- Korek 5 z otworem na termometr oraz rowkiem wzdłuż tworzącej stożka.

5.3.1.2. Ciecz ogrzewająca

Kwas siarkowy stężony (1,84).

5.3.1.3. Przygotowanie próbki. Kapilarę 2 napełnić sproszkowanym i wysuszonym do stałej masy w temperaturze 100 ÷ 105°C badanym chlorowodorkiem *o*-toluidyny przez zanurzenie w nim otwartym końcem kapilary. Następnie odwrócić kapilarę i mocno ubić jej zawartość nitką szklaną lub rzucając kapilarę kilkakrotnie przez rurkę szklaną o średnicy 6 ÷ 8 mm i długości około 50 cm na twardą powierzchnię. Wysokość ubitej warstwy w kapilarze powinna wynosić 2 ÷ 5 mm.

5.3.1.4. Wykonanie oznaczania. Aparat Thielego 1, napełnić kwasem siarkowym. Do nóżki termometru 3 przymocować za pomocą gumki kapilarę 2 tak, aby zatopiony koniec kapilary znajdował się w połowie wysokości zbiornika rtęci termometru. Aparaturę zestawić wg rysunku. Termometr pomocniczy 4 umocować tak, aby jego zbiornik rtęci znajdował się w połowie wysokości słupka rtęci termometru 3 wystającego ponad korek podczas wykonywania oznaczania. Aparat ogrzewać płomieniem palnika w ten sposób, aby temperatura podniosła się w ciągu 10 ÷ 15 min do temperatury o 20 ÷ 30°C niższej od przewidywanej temperatury topnienia, a następnie z prędkością 2°C na minutę, aż do temperatury o około 5°C niższej od przewidywanej temperatury topnienia. Dalej ogrzewać z prędkością 0,5°C na minutę. Ogrzewanie przerwać, gdy całość badanej próbki stanie się płynna. W tym momencie odczytać temperaturę na termometrze 3.

Do odczytanej temperatury topnienia dodać poprawkę Δt na wystający słupek rtęci, obliczoną wg wzoru

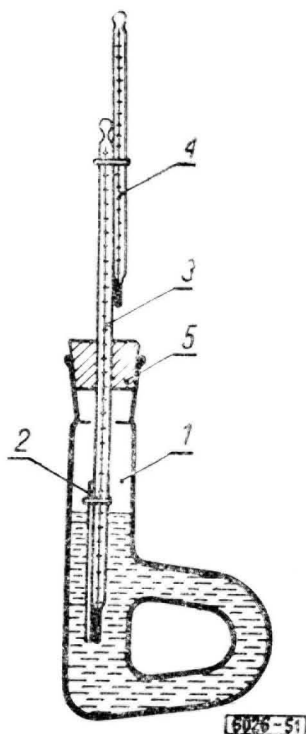
$$\Delta t = 0,00016 \cdot n(t - t_1)$$

w którym:

0,00016 — współczynnik pozornej rozszerzalności rtęci w szkło,

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe

- n — wysokość słupka rtęci wystającego ponad korek, °C,
 t — temperatura odczytana na termometrze 3, °C,
 t_1 — temperatura odczytana na termometrze pomocniczym 4, °C.



5.3.1.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się od siebie o więcej niż 0,5°C.

Dopuszcza się do oznaczania temperatury topnienia stosowanie metod instrumentalnych, np. kriometru elektrycznego; metody te w przypadku analizy rozjemczej muszą być uzgodnione między producentem chlorowodoru *o*-toluidyny a odbiorcą.

5.3.2. Oznaczanie sumarycznej zawartości chlorowodorów amin

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 0,5n przygotowany w następujący sposób: 17,2512 g azotynu sodowego przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.

b) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

c) Bromek potasowy cz.d.a., wolny od bromianu potasu (KBrO₃), roztwór 10-procentowy.

d) Papierki jodokrobieowe o sprawdzonej czułości

e) Kwas sulfanilowy cz.d.a.

f) Czerwień Kongo — wskaźnik, roztwór 1-procentowy w alkoholu etylowym.

5.3.2.2. Sprawdzanie czułości papierków jodokrobieowych. Do zlewki pojemności 600 cm³ wlać 250 cm³ wody, 10 cm³ kwasu solnego i w temperaturze otoczenia wynoszącej około 20°C dodawać z biurety kroplami 0,5n roztworu azotynu sodowego tak długo, aż kropla cieczy

przeniesiona przecikiem szklanym na papierek jodokrobieowy wywoła wyraźne niebieskie zabarwienie. Czułość papierków jest właściwa, jeżeli zmieniają zabarwienie po dodaniu nie więcej niż 0,1 cm³ 0,5n roztworu azotynu sodowego.

5.3.2.3. Sprawdzanie normalności roztworu azotynu sodowego. 4,3297 g kwasu sulfanilowego odważonego na szkiełku zegarkowym przenieść ilościowo do zlewki pojemności 600 cm³. Przeemyć szkiełko 150 cm³ wody i wlać popłuczyny do zlewki, do której następnie dodać kilka kropli roztworu Czerwieni Kongo. Zawartość zlewki zakwasić kwasem solnym do zmiany zabarwienia z różowego na niebieskie i mieszając ją szklanym przecikiem dodać z biurety 45 cm³ badanego roztworu azotynu sodowego. Dalej roztwór azotynu sodowego dodawać kroplami, nie przerywając mieszania i po dodaniu każdej kropli sprawdzając na papierku jodokrobieowym zmianę zabarwienia papierka pod wpływem badanego roztworu. Postępować tak do chwili, w której kropla cieczy ze zlewki przeniesiona przecikiem na papierek wywoła na nim wyraźne niebieskie zabarwienie. Gdy to nastąpi, miareczkowanie należy uznać za zakończone.

Normalność azotynu sodowego (n) obliczyć wg wzoru

$$n = \frac{50 \cdot 0,5}{V - V_1}$$

w którym:

V — objętość roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania 4,3297 g kwasu sulfanilowego stanowiącego ilość równoważną 50 cm³ 0,5n roztworu kwasu sulfanilowego, cm³,

V_1 — objętość roztworu azotynu sodowego zużytego do badania czułości papierków jodokrobieowych wg 5.4.2, cm³.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się od siebie o więcej niż 0,0005.

5.3.2.4. Wykonanie oznaczania. 3 g badanego chlorowodoru *o*-toluidyny odważonego z dokładnością do 0,0002 g rozpuścić w 150 cm³ wody. Dodać 15 cm³ kwasu solnego, 10 cm³ roztworu bromku potasowego i po ochłodzeniu lodem do temperatury 0÷3°C miareczkować 0,5n roztworem azotynu sodowego, ciągle mieszając zawartość zlewki przecikiem szklanym — do chwili, kiedy kropla miareczkowanego roztworu przeniesiona na papierek jodokrobieowy wywoła wyraźne niebiesko-fioletowe zabarwienie. Gdy to nastąpi, miareczkowanie zakończyć.

Sumaryczną zawartość chlorowodorów amin (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,143622 \cdot V_2 \cdot n \cdot 100}{G}$$

w którym:

0,143622 — milirównoważnik chlorowodoru *o*-toluidyny,

V_2 — objętość zużytego do miareczkowania 0,5n roztworu azotynu sodowego, cm³,

n — normalność azotynu sodowego obliczona wg 5.3.2.3,

G — masa badanej próbki chlorowodoru *o*-toluidyny, g.

5.3.2.5. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się od siebie o więcej niż o 0,25%.

5.3.3. Oznaczanie wody wykonać wg PN-66/C-04523, biorąc do oznaczania 25 g badanego chlorowodoru *o*-to-

luidyny odważonego z dokładnością do 0,0002 g i 100 cm³ nasyconego wodą ksylenu.

5.3.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie wykonać wg PN-54/C-04517, biorąc do oznaczania 10 g badanego chlorowodoru *o*-toluidyny odważonego z dokładnością do 0,01 g.

5.4. Zaświadczenie o wynikach badań. Każda partia wysyłanego chlorowodoru *o*-toluidyny powinna mieć zaświadczenie o wynikach badań, stwierdzające zgodność z wymaganiami normy. Interpretacja wyników powinna być zgodna z PN-70/N-02120.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6026-51

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