

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki	6193-68
	Dwufenyloamina	Zamiast BN-62/6194-01
		Grupa katalogowa X 52

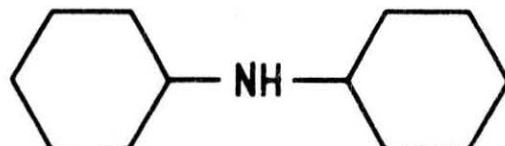
1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest dwufenyloamina stosowana jako odczynnik chemiczny.

Dwufenyloamina ma:

a) wzór chemiczny $C_{12}H_{11}N$,

b) wzór strukturalny



c) masę cząsteczkową 169,23.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki dwufenyloaminy:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia dwufenyloaminy czystej do analizy:

DWUFENYLOAMINA cz.d.a. BN-75/6193-68

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Dwufenyloamina powinna mieć postać drobnych, białych kryształów lub łusek, słabo rozpuszczalnych w wodzie, dobrze rozpuszczalnych w alkoholu, eterze i benzenie.

Przy przechowywaniu kryształy mogą przybierać jasnoszary odcień.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość dwufenyloaminy ($C_{12}H_{11}N$), %, nie mniej niż	99,0	97,5
b) Temperatura topnienia, °C, nie niżej niż	52,0	nie normalizuje się

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
c) Pozostałość po prażeniu, %, nie więcej niż	0,005	0,01
d) Rozpuszczalność w alkoholu	odpowiada badaniu wg 5.3.3	odpowiada badaniu wg 5.3.3
e) Próba na nieobecność azotanów i innych utleniaczy	odpowiada próbie wg 5.3.4	odpowiada próbie wg 5.3.4
f) Czulość na jony NO_3^- g/cm ³ , nie mniej niż	$1 \cdot 10^{-6}$	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką.

Masa opakowań netto: 25, 100, 250, 500 g.

Klasa niebezpieczeństwa wg RID IVa.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od podanych opakowań.

5. BADANIA5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości dwufenyloaminy (3.2a),
- oznaczanie temperatury topnienia (3.2b),
- oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu (3.2c),
- oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu (3.2d),
- wykonanie próby na nieobecność azotanów i innych utleniaczy (3.2e),
- oznaczanie czulości na jony NO_3^- (3.2f).

5.2. Pobieranie próbek. Probki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047.

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 150 g.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 18 czerwca 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1975 poz. 68)

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości dwufenyloaminy $C_{12}H_{11}N$

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy rektyfikowany.
- Brom cz.d.a., alkoholowy roztwór przygotowany przez rozpuszczenie 1 cm³ bromu w 20 cm³ alkoholu etylowego.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,2500 g badanej dwufenyloaminy rozpuścić w zlewce pojemności 100 cm³ w 12÷15 cm³ alkoholu etylowego.

Do otrzymanego roztworu dodawać kroplami, stale mieszając pręcikiem szklanym, około 10 cm³ roztworu bromu dotąd, aż powstałe żółte zabarwienie roztworu nie zniknie po pozostawieniu w ciemnym miejscu w ciągu 15 + 20 min.

Następnie dodać 15 cm³ wody, zmieszać i odparować roztwór prawie do sucha na łaźni wodnej.

Do pozostałości dodać 50 cm³ zimnej wody o temperaturze 0 ÷ 5°C, wymieszać i pozostawić w tej temperaturze w spokoju na 20÷30 min, po czym odsączyć wydzielony osad przez uprzednio zważony szklany tygiel do sączenia G4, przemyć zimną wodą do zaniku reakcji na jon Br w przesączu i wysuszyć w temperaturze 95÷100°C do stałej masy.

Zawartość dwufenyloaminy w procentach (X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{0,34902 \cdot a \cdot 100}{m} = \frac{34,902 \cdot a}{m}$$

w którym:

- masa otrzymanego osadu czterobromodwufenyloaminy, g,
- odważka badanej dwufenyloaminy, g,
- 0,34902 - współczynnik do przeliczenia masy czterobromodwufenyloaminy na masę dwufenyloaminy, g.

5.3.2. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać wg PN-70/C-04956. Przed wykonaniem oznaczenia wysuszyć konieczną ilość dwufenyloaminy w eksykatorze próżniowym nad chlorkiem wapniowym do stałej masy.

5.3.3. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. 1,00 g badanej dwufenyloaminy umieścić w probówce o średnicy 16 mm, dodać 6 cm³ alkoholu etylowego rektyfikowanego i dokładnie wymieszać do całkowitego rozpuszczenia.

Roztwór nie powinien zawierać nierozpuszczonej pozostałości.

5.3.4. Próba na nieobecność azotanów i innych utleniaczy

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a. rozcieńczony w stosunku objętościowym 4 : 1.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego ogrzać do temperatury 50 + 60°C. Następnie dodać 0,5 cm³ roztworu kwasu solnego i 0,01 g dwufenyloaminy. W ciągu 3 min roztwór nie powinien zabarwić się na niebiesko.

Roztwór zachować do oznaczania czułości na jony NO₃⁻.

5.3.5. Oznaczanie czułości na jony NO₃⁻. Do 5 cm³ badanego roztworu, nie zawierającego azotanów i utleniaczy z oznaczania wg 5.3.4.2, dodać 0,5 cm³ roztworu zawierającego 0,01 mg NO₃⁻ w 1 cm³, przygotowanego wg PN-68/C-06500.

Badana dwufenyloamina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli w ciągu 3 min na granicy warstw powstanie niebieskie zabarwienie.

5.3.6. Oznaczanie pozostałości po prażeniu.

20,00 g badanej dwufenyloaminy umieścić w uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu porcelanowym i nagrzewać na łaźni piaskowej, a następnie na palniku do zaniku par dwufenyloaminy.

Pozostałość wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 600 ÷ 700°C do stałej masy.

Zawartość pozostałości po prażeniu (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{20}$$

w którym a - masa pozostałości po prażeniu, g.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-62/6194-01

- wprowadzono, jako dodatkowe kryterium dla gatunku cz.d.a., oznaczanie temperatury topnienia,
- wprowadzono oddzielnie oznaczanie czułości na jony NO₃ oraz oznaczanie ilościowe.

3. Normy związane

PN-70/C-04956 Odczynniki. Oznaczanie temperatury topnienia

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 pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

4. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia normalizacyjnego RWPG PC 3968-73 Реактивы. Дифениламин