

PRODUKTY OGRANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Mieszanina zasad organicznych	6026-24
		Zamiast BN-65 6026-24
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest mieszanina zasad organicznych składająca się z około 66% izomerów ksylidyny i około 33% izomerów toluidyny, otrzymywanych przez redukcję dwóch części nitroksylenu i jednej części międzyfrakcji *o*- i *m*-nitrotoluenu.

Mieszanina zasad organicznych stosowana jest do absorpcji dwutlenku siarki przy produkcji siarki elementarnej. Jest materiałem łatwopalnym i szkodliwym dla zdrowia.

2. OZNACZENIE

MIESZANINA ZASAD ORGANICZNYCH BN-75/6026-24

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Mieszanina zasad organicznych powinna być oleistą cieczą o charakterystycznym zapachu. W miarę upływu czasu z bezbarwnej stopniowo staje się brunatna.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 20 czerwca 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 kwietnia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1975 poz. 68)

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	
1	2
a) Zawartość wody, %, nie więcej niż	1
b) Nitrozwiazki	nicobecne wg 5.5.3
c) Destylacja normalna	
— początek, °C, nie mniej niż	200
— 35% objętości powinno przedestylować do temperatury, °C, nie mniej niż	207
— koniec destylacji, °C, nie mniej niż	215
d) Zdolność absorbowania dwutlenku siarki wg 5.5.5, g/dm ³ , nie mniej niż	170

3.3. Trwałość. Mieszanina zasad organicznych przechowywana wg 4.1 nie powinna zmieniać swoich własności wg 3.2 przez okres 6 miesięcy od daty sprzedaży.

4. PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Przechowywanie. Mieszaninę zasad organicznych należy przechowywać w zamkniętych stalowych zbiornikach. Zbiorniki powinny być uziemione, zaopatrzone w instalację odgromową i oznakowane zgodnie z 4.2b), f) i g).

4.2. Transport. Mieszaninę zasad organicznych należy przewozić w cysternach stalowych zgodnie z przepisami o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych. Każda cysterna z mieszaniną zasad organicznych powinna być zaopatrzona w napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg rozdz. 2,
- c) masę brutto i netto,
- d) numer partii,
- e) datę wysyłki,
- f) napis ostrzegawczy — „Ostrożnie, środek szkodliwy. Chronić drogi oddechowe i pokarmowe. Unikać kontaktu z powierzchnią ciała”,
- g) znak niebezpieczeństwa dla materiałów łatwopalnych wg PN-67/O-79252 p. 2.3.3.

Napisy wg a) i b) powinny być umieszczone trwale na tablicy przymocowanej do podwozia cysterny. Napis wg f) wykonany czerwonymi literami na białym tle i większy niż inne napisy, powinien być umieszczony po obu bokach cysterny wraz ze znakiem wg g). Napisy wg c), d) i e) powinny być umieszczone na małej tabliczce umocowanej do cysterny pod siatką lub podane tylko w dokumentach przewozowych.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) oznaczanie zawartości wody (3.2a),
- c) sprawdzanie nieobecności nitrozwiązków (3.2b),
- d) wykonanie destylacji normalnej (3.2c),
- e) oznaczanie zdolności absorbowania dwutlenku siarki (3.2d).

Badania wg a), b), c) i e) wykonuje się dla każdej partii mieszaniny zasad organicznych przeznaczonej do sprzedaży. Badania wg d) wykonuje się tylko na żądanie odbiorcy.

5.2. Przygotowanie partii do badań. Partię mieszaniny zasad organicznych stanowi zawartość jednej cysterny. Cysterny z mieszaniną zasad organicznych przeznaczoną do badania powinny być zaopatrzone we wszystkie potrzebne urządzenia, jak drabinki, podesty, barierki, zapewniające sprawne i bezpieczne pobranie próbek. Pokrywa wjazdu cysterny powinna być otwarta co najmniej 10 min przed pobraniem próbek, aby umożliwić odprowadzenie zebranych nad powierzchnią cieczy oparów i zamknięta natychmiast po pobraniu próbek. Produkt w otwartej cysternie powinien być zabezpieczony przed wpływami opadów atmosferycznych.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej.

Próbki mieszaniny zasad organicznych należy pobierać i przygotowywać wg PN-67/C-04500. Do pobierania należy używać próbników wg PN-74/C-60008 od 1 do 6 lub rur szklanych o zwężonym zakończeniu. Probki pierwotne należy pobierać z góry, ze środka i z dna cysterny. Masa próbki pierwotnej powinna wynosić co najmniej 500 cm³. Liczba próbek pierwotnych co najmniej 6. Probki pierwotne należy połączyć, tworząc w ten sposób próbkę ogólną i po jej dokładnym wymieszaniu wyodrębnić z niej średnią próbkę laboratoryjną o masie nie mniejszej niż 2000 g. Otrzymaną w ten sposób średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie równe części i umieścić w dwóch butelkach z ciemnego szkła z doszlifowanymi korkami. Zawartość butelek należy zabezpieczyć tak, aby była zagwarantowana identyczność próbek. Jedną z próbek przeznaczyć do badania, a drugą przechowywać w miejscu gwarantującym jej niezmiennosć pod względem fizycznym i chemicznym do analizy rozjemczej. Czas przechowywania próbek powinien wynosić 6 miesięcy. Na naczyniach z próbkami należy umieścić napis zawierający:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg rozdz. 2,
- c) numer partii,
- d) datę produkcji,
- e) nazwisko pobierającego próbkę,
- f) datę i miejsce pobrania próbki.

5.5. Opis badań

5.5.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego wykonać organoleptycznie.

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

5.5.3. Sprawdzenie nieobecności nitrozwiązków. Do 100 cm³ badanej mieszaniny zasad organicznych dodać około 50 cm³ kwasu solnego cz.d.a. (1,18) do pH=3 i destylować z parą wodną do cylindra pomiarowego do momentu otrzymania 50 cm³ destylatu. Otrzymany destylat powinien być klarowny i nie rozwarstwiać się. Świadczy to o nieobecności nitrozwiązków.

5.5.4. Wykonanie destylacji normalnej. Destylację normalną należy wykonać wg PN-64/C-97054 z następującymi zmianami i uzupełnieniami:

a) zamiast chłodnicy Liebiga zastosować chłodnicę powietrzną o długości 1000 mm i średnicy 17 ± 1 mm,

b) odwodzić badaną próbkę w sposób następujący: 200 cm³ mieszaniny zasad organicznych umieścić w szklanym naczyniu, dodać 25 g świeżo wyprażonego węglanu potasowego lub chlorku wapniowego w drobnych kawałkach i po zakorkowaniu naczynia pozostawić go na 8 godz, co pewien czas energicznie wstrząsając. Następnie mieszaninę przesączyć przez suchy sącdek i używać do destylacji,

c) za koniec destylacji przyjąć temperaturę odczytaną w chwili, gdy w odbieralniku znajdzie się 95 cm³ destylatu.

5.5.5. Oznaczanie zdolności absorbowania dwutlenku siarki

5.5.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Dwutlenek siarki sprężony.

b) Jod cz.d.a., roztwór 0,1 N.

c) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Roztwór absorpcyjny mieszaniny zasad organicznych przygotowany w następujący sposób: 10 g bezwodnego węglanu sodowego cz.d.a. rozpuścić w 100 cm³ wody i wymieszać z 50 cm³ badanej próbki mieszaniny zasad organicznych.

e) Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1-procentowy.

f) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

5.5.5.2. Wykonanie oznaczania. Roztwór wg 5.5.5.1d) wlać do płuczki Dreschla, którą należy umieścić następnie w naczyniu z wodą i lodem. Temperatura wody powinna wynosić 14÷16°C. Płuczkę połączyć za pomocą węża gumowego poprzez zawór redukcyjny z butlą stalową zawierającą dwutlenek siarki, a następnie przepuszczać ten gaz przez płuczkę łagodnym strumieniem, wstrząsając płuczką od czasu do czasu. Czas przepuszczania dwutlenku siarki przez płuczkę z badaną mieszaniną zasad organicznych powinien wynosić około 30 min. Koniec absorpcji poznaje się po zaniku fazy w płuczce i sklarowaniu się roztworu. Nie należy przedłużać absorpcji poza podany wyżej moment, gdyż może to spowodować mylne wyniki.

Po zakończeniu absorpcji pobrać z płuczki pipetą z podziałką co 0,1 cm³ 1 cm³ nasyconego roztworu i wkropić go do kolbki stożkowej pojemności 200 cm³, zawierającej 70 cm³ ściśle 0,1 N roztworu jodu. W trakcie wkraplania wylot pipety powinien znajdować się pod powierzchnią roztworu. Zawartość kolbki zakwasić kilkoma kroplami kwasu siarkowego i miareczkować 0,1 N roztworem tiosiarczanu sodowego wobec skrobi, do odbarwienia roztworu.

Miareczkowanie należy wykonać bezpośrednio po przeprowadzeniu absorpcji.

Zdolność absorbowania dwutlenku siarki przez mieszaninę zasad organicznych (X) należy obliczyć w g/dm³ wg wzoru

$$X = (70 - V) \cdot 0,0032 \cdot 1000$$

w którym:

70 — liczba cm³ ściśle 0,1 N roztworu jodu użytego do oznaczania,

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

0,0032 — ilość dwutlenku siarki odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 N roztworu jodu, g.

5.5.5.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch kolejnych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5 g SO₂/dm³. W wyniku należy również podać czas, który upłynął od momentu rozpoczęcia do zakończenia absorpcji.

5.6. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb powinno być zgodne z PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

5.7. Ocena wyników badań. Mieszaninę zasad organicznych należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.5 są zgodne z wymaganiami wg 3.1 i 3.2.

5.8. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii mieszaniny zasad organicznych producent jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6026-24

a) zmieniono wymaganie dotyczące destylacji normalnej,

b) uzupełniono normę informacją o palności produktu,

c) rozszerzono i uściślono sposób przygotowywania i pobierania próbek.

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

PN-64/C-97054 Produkty węglowodórne. Destylacja normalna metodą Kramera-Spilker

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

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

Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz. TiZK nr 20, poz. 84)

4. Autor projektu normy — Anna Bryg, Dolnośląskie Zakłady Chemiczne.