

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-75 6026-69
	<i>p</i> -Nitrotoluen techniczny	
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest *p*-nitrotoluen techniczny otrzymywany przez nitrowanie toluenu i następnie rektyfikację i krystalizację otrzymanej mieszaniny izomerów. *p*-Nitrotoluen stosowany jest jako surowiec do wyrobu barwników, produktów farmaceutycznych i innych.

p-Nitrotoluen ma:

a) wzór sumaryczny — $C_7H_7O_2N$

b) wzór budowy —



c) masę cząsteczkową — 137,14 (1970 r.)

d) własności szkodliwe dla zdrowia.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od postaci rozróżnia się dwie odmiany *p*-nitrotoluenu technicznego oznaczone symbolami:

L — w postaci łusek,

T — topiony.

2.2. Przykład oznaczenia *p*-nitrotoluenu technicznego odmiany T:

p-NITROTOLUEN TECHNICZNY T BN-75/6026-69

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania organoleptyczne. *p*-Nitrotoluen techniczny powinien być ciałem stałym barwy żółtawej o charakterystycznym zapachu.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego
ORGANIKA dnia 29 listopada 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie
produkcji i obrotu od dnia 1 października 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1976 poz. 14)

Odmiana Ł powinna mieć postać lusek, odmiana T postać półprzezroczystej, jednolitej substancji.

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

Tablica 1

Wymagania	
a) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż	50,2 ¹⁾
b) Dwunitrotoluen, %, nie więcej niż	0,1
c) Węglowodory	nieobecne wg 5.4.4
d) Wody, %, nie więcej niż	0,2
e) Zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w toluenie, %, nie więcej niż	0,1
1) Dla produktu przeznaczonego na eksport nie niższa niż 50,5.	

3.3. Trwałość. *p*-Nitrotoluen techniczny przechowywany wg 4.3 powinien odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 przez jeden rok, licząc od daty produkcji.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. *p*-Nitrotoluen techniczny odmiany T powinien być ładowany w stanie stopionym do bębnow ciężkich z obręczami nasadzonymi wg BN-69/5046-03 lub do bębnow ciężkich z obręczami wytłaczanymi wg BN-69/5046-01. Bębny te powinny być wewnątrz ocynkowane, mieć dna stałe i otwór do napełniania zamykany korkiem gwintowanym umieszczony w pobocznicy. Pojemność bębnow powinna wynosić 200 dm³.

p-Nitrotoluen odmiany Ł powinien być pakowany po 50-60 kg do bębnow lekkich z dnem zdejmowanym, dwustronnie lakierowanych pojemności 100 dm³ wg BN-69/5046-02 wyłożonych wewnątrz folią polichlorowinylową.

Znakowanie opakowań powinno być zgodne z PN-67/C-79252. Na każdym bębnie powinien być umieszczony napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.1,
- c) numer partii,
- d) masę brutto i netto,
- e) datę produkcji,

f) napis ostrzegawczy OSTROŻNIE, ŚRODEK SZKODLIWY, CHRONIC DROGI ODDECHOWE I POKARMOWE.

Napis ostrzegawczy powinien być wykonany czerwonymi literami na białym tle i powinien być większy niż inne napisy.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach wg PN-68/M-78216. Ładunek na paletach należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. *p*-Nitrotoluen techniczny należy przechowywać w nieuszkodzonych zamkniętych opakowaniach wg 4.1 w magazynach zamkniętych, pod wiatą lub na placach składowych. Temperatura otoczenia nie powinna być wyższa niż 40°C. Bębny z *p*-nitrotoluenem mogą być układane w warstwy, w sposób nie zagrażający bezpieczeństwu znajdujących się w pobliżu osób.

4.4. Transport. *p*-Nitrotoluen w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić w wagonach kolejowych lub w samochodach. Środki transportowe mogą być kryte lub niekryte. *p*-Nitrotoluen bez opakowań — w cysternach kolejowych zaopatrzonych wewnątrz w węzownice grzejne. W przypadku cystern napisy a), b) i d) wg 4.1 powinny być umieszczone na tablicach umocowanych u podwozia cysterny z obu stron. Napisy c) i e) powinny być podane w dokumentach przewozowych, a napis f) należy umieścić z obu stron pobocznic cysterny.

Sposób załadowania środków transportowych powinien zapewniać pełne ich wykorzystanie oraz powinien być zgodny z obowiązującymi w transporcie kolejowym i samochodowym przepisami¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Program badań

5.1.1. Badania pełne obejmują:

- a) sprawdzenie wyglądu i zapachu (3.1),
- b) oznaczanie temperatury krzepnięcia (3.2a),
- c) oznaczanie dwunitrotoluenu (3.2b),
- d) sprawdzanie nieobecności węglowodorów (3.2c),
- e) oznaczanie wody (3.2d),
- f) oznaczanie zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w toluenie (3.2e).

Badania pełne należy wykonywać po zmianie technologii, surowców oraz na żądanie odbiorców.

5.1.2. Badania niepełne obejmują badania wymienione w 5.1.1a), b), e) i f). Należy je wykonywać dla każdej partii *p*-nitrotoluenu technicznego.

5.2. Przygotowanie partii do badań. Partię stanowi określona ilość *p*-nitrotoluenu technicznego jednej odmiany, w bębnach, nie większa niż 10 000 kg lub zawartość jednej cysterny.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Każda partia *p*-nitrotoluenu technicznego przeznaczona do badania powinna być umieszczona oddzielnie. Opakowania powinny być ustawione w taki sposób, aby możliwy był swobodny dostęp do każdego z nich.

Bębny z *p*-nitrotoluenum technicznym odmiany T powinny być umieszczone leżąc, a ich otwory powinny znajdować się w pozycji prostopadłej do poziomu *p*-nitrotoluenu znajdującego się wewnątrz.

Cysterny z *p*-nitrotoluenum powinny być zaopatrzone we wszystkie potrzebne urządzenia jak drabinki, podesty, barierki, zapewniające sprawne i bezpieczne pobieranie 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. Osoba pobierająca próbki z cystern powinna mieć założoną maskę z pochłaniaczem gazów i rękawice ochronne.

Zaleca się pobierać próbki *p*-nitrotoluenu odmiany T, podczas napełniania cystern i bębnow, z kurka umieszczonego na przewodzie doprowadzającym.

Jeżeli zachodzi konieczność pobrania próbek *p*-nitrotoluenu odmiany T w postaci stałej, należy go stopić przez podgrzanie do temperatury $50 \div 60^{\circ}\text{C}$.

5.3. Pobieranie próbek. Próbki *p*-nitrotoluenu technicznego należy pobierać i przygotowywać zgodnie z PN-67/C-04500.

Z przedstawionej do badań partii w bębnach należy wybrać na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 7	wszystkie
7÷15	6
16÷25	9
26÷63	12
64÷160	14
161÷200	15

Z każdego wybranego opakowania należy pobrać co najmniej dwie próbki pierwotne, z każdej cysterny co najmniej 3 próbki — z góry, ze środka i z dna. Masa każdej próbki pierwotnej powinna odpowiadać pojemności próbnika. W przypadku pobierania próbek z kurka przewodu doprowadzającego, masa próbki pierwotnej powinna wynosić co najmniej 500 cm^3 , a liczba 6 z cysterny i 2 z bębna.

Do pobierania próbek *p*-nitrotoluenu technicznego odmiany Ł należy używać próbników nr 14÷16, a odmiany T nr 1÷7 wg PN-74/C-60008 lub rur szklanych o zwężonym zakończeniu i zbliżonych wymiarach, odpornych na temperaturę 60°C.

Próbki pierwotne z każdej partii należy połączyć oddzielnie, tworząc w ten sposób próbkę ogólną, z której po dokładnym wymieszaniu należy wyodrębnić średnią próbkę laboratoryjną w ilości co najmniej 1000 g. Próbkę tę podzielić na dwie części i umieścić w dwóch naczyniach z ciemnego szkła z doszlifowanymi korkami. Jedno z naczyń przekazać do laboratorium, a drugie przechowywać przez co najmniej 3 miesiące w miejscu gwarantującym niezmienną właściwość próbki do analizy rozjemczej.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu i zapachu wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie temperatury krzepnięcia

5.4.2.1. Przygotowanie próbki do oznaczania. Badany *p*-nitrotoluen przed wykonaniem oznaczania należy odwozić przez umieszczenie go w eksykatorze nad pięciotlenkiem fosforu na 24 godz.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie temperatury krzepnięcia należy wykonać zgodnie z PN-75/C-04514.

5.4.3. Oznaczanie zawartości dwunitrotoluenu

5.4.3.1. Przyrządy. Dwie probówki z bezbarwnego szkła o jednakowych wymiarach, pojemności około 10 cm³.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Aceton cz., 5 cm³ acetonu nie powinno zabarwiać się po dodaniu 1 cm³ 1 N roztworu wodorotlenku sodowego.

b) Dwunitrotoluen cz.d.a., roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: 0,05 g dwunitrotoluenu o temperaturze krzepnięcia 68°C odważonego z dokładnością do 0,0002 g i 49,95 g *p*-nitrotoluenu cz.d.a. rozpuścić w 50 g *o*-nitrotoluenu cz.d.a. Użyte do sporządzenia roztworu wzorcowego *p*-i *o*-nitrotoluen nie powinny zawierać dwunitrotoluenu. Dokładność ważenia powinna wynosić 0,01 g. Przygotowany w ten sposób roztwór należy przechowywać w butelce z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem i chronić przed światłem dziennym.

c) *o*-Nitrotoluen cz.d.a., nie zawierający dwunitrotoluenu.

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1 N.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. 0,2 g badanego *p*-nitrotoluenu technicznego odważonego z dokładnością do 0,0002 g przenieść ilościowo do probówki. Dodać z mikrobiurety 0,17 cm³ wzorcowego roztworu *o*-nitrotoluenu, 5 cm³ acetonu, 1 cm³ 1 N roztworu wodorotlenku sodowego, a następnie zamknąć probówkę korkiem i wstrząsnąć nią kilkanaście razy. Równocześnie w identycznej probówce należy umieścić 0,4 g roztworu wg 5.4.3.2b) odważonego z dokładnością do 0,0002 g, 5 cm³ acetonu i 1 cm³ 1 N roztworu wodorotlenku sodowego.

Probówkę zamknąć korkiem i kilkunastokrotnie wstrząsnąć. Zmiana barwy badanego roztworu *p*-nitrotolenu z zielonej na niebieską, a następnie na fioletową świadczy o obecności dwunitrotolenu. Po upływie około 5 min, gdy barwy roztworów w obu probówkach ustalą się, należy je porównać.

Intensywność barwy badanego roztworu *p*-nitrotolenu nie powinna być większa niż wzorcowego roztworu dwunitrotolenu. Świadczy to, że badany *p*-nitrotoluen jest zgodny z wymaganiem 3.2.b).

5.4.4. Sprawdzanie nieobecności węglowodorów

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy cz.d.a., 96—procentowy.
- b) Formalina cz.d.a. (1,084).
- c) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. Do próbki zawierającej 1 g badanego *p*-nitrotolenu technicznego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, wlać 10 cm³ alkoholu etylowego i 3 krople formaliny. Probówkę zamknąć korkiem, wstrząsnąć nią kilkanaście razy, po czym dolać ostrożnie po ustawionej pochylonej ściance próbki 2 cm³ kwasu siarkowego. Na granicy dwu cieczy nie powinien tworzyć się brunatny pierścień, co świadczy o nieobecności węglowodorów.

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

5.4.6. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w toluenie

5.4.6.1. Odczynniki. Toluen cz. przesączony przez tygiel szklany G3, z dnem porowatym.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Około 10 g badanego *p*-nitrotolenu odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 100 cm³ toluenu, przesączyć przez wysuszony i zważony tygiel szklany z dnem porowatym G3, a następnie przeemyć pozostałość na tyglu dwiema porcjami toluenu, po 50 cm³ każda. Tygiel z pozostałością wysuszyć do stałej masy, ostudzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w toluenie (*X*) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100$$

w którym:

- m_1 — masa tygla z pozostałością, g,
- m_2 — masa tygla, g,
- m_3 — masa badanego *p*-nitrotolenu, g.

5.4.6.3. Wynik końcowy. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się od siebie więcej niż o 0,01%.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie wyników badań powinno być zgodne z PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

5.6. Ocena wyników badań. Partię badanego *p*-nitrotoluenu technicznego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.4 są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii *p*-nitrotoluenu technicznego producent obowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-61/C-83005

- a) wprowadzono podział *p*-nitrotoluenu na dwie odmiany — topiony i w łuskach,
 - b) podwyższono temperaturę krzepnięcia z 50,0°C na 50,2°C,
 - c) obniżono zawartość wody z 0,5 na 0,2%,
 - d) określono trwałość *p*-nitrotoluenu na 1 rok od daty wyprodukowania,
 - e) zmieniono rodzaj opakowań: z beczek drewnianych i sklejkowych — na bębny metalowe; dopuszczono możliwość transportowania w cysternach,
 - f) wprowadzono konieczność stosowania napisów ostrzegawczych na opakowaniach,
 - g) dopuszczono możliwość przechowywania na odkrytej przestrzeni,
 - h) uściślono i rozszerzono wymagania dotyczące pobierania próbek.
- Dotychczas obowiązująca PN-61/C-83005 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1976 r.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
 - PN-75/C-04514 Oznaczanie temperatury krzepnięcia substancji organicznych
 - PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną
 - PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
 - PN-68/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytkowe drewniane czterowieściowe 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 obręczami wytłaczanymi
 - BN-69/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie
 - BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzanymi
- Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27, ust. 4 pkt 4 DKP).
- Instrukcja o ładowaniu i rozładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep.
- Załącznik do zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r.

4. Normy zagraniczne

ZSRR ГОСТ 7197-61 4-Нитротолуол технический

5. Autor projektu normy — Anna Bryg — Dolnośląskie Zakłady Chemiczne w Żarowie.