

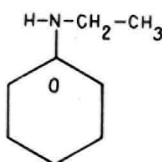
PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	
	N-Etyloanilina destylowana	
	BN-90 6026-28	
	Zamiast BN-75/6026-28	
	Grupa katalogowa 1021	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest N-etyloanilina destylowana, otrzymywana przez rektyfikację surowego produktu etylowania aniliny.

N-etyloanilina ma:

- wzór sumaryczny $C_8H_{11}N$,
- wzór strukturalny,



- masę cząsteczkową 121,184,
- własności szkodliwe dla zdrowia.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. N-etyloanilina destylowana jest stosowana do produkcji amin trzeciorzędowych, w syntezie barwników, do produkcji dwualkilodwuarylomocznika i przyspieszaczy.

2. OZNACZENIE

N-ETYLOANILINA DESTYLOWANA BN-90/6026-28

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. N-etyloanilina destylowana powinna być cieczą oleistą, przezroczystą, o barwie słomkowej do jasnobrunatnej nie zawierającą osadu. N-etyloanilina ciemnieje pod wpływem światła i powietrza.

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

Tablica 1

Wymagania	
a) N,N-dwutyloaniliny, $\%(m/m)$, nie więcej niż	1
b) Aniliny, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,1
c) Wody, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,1
d) Granice temperatur wrzenia: 95%(V/V) powinno przedestylować w granicach temperatur, $^{\circ}C^{1)}$	204 ÷ 206
¹⁾ Oznacza się na żądanie odbiorcy.	

3.3. Okres gwarancji. N-etyloanilina w opakowaniach wg 4.1, przechowywana w warunkach wg 4.3, powinna odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 przez 6 miesięcy, licząc od daty produkcji.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE, TRANSPORT

4.1. Pakowanie. N-etyloanilinę należy pakować do bębnow metalowych ocynkowanych z dnami stałymi, z obręczami wytłaczanymi pojemności 200 l wg BN-87/5046-01 lub bębnow metalowych ocynkowanych z dnami stałymi z obręczami nasadzanymi pojemności 200 l wg BN-87/5046-03.

Opakowania powinny być szczelnie zamknięte.

Do transportu drogowego dopuszcza się pakowanie N-etyloaniliny w cysterny stalowe.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-85/O-79252, umieszczając na każdym napis, zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer partii i datę produkcji,
- masę brutto i netto,
- liczbę warstw składowania — 1,
- liczbę warstw ładowania — 1,
- nalepkę ostrzegawczą dla materiałów trujących wg wzoru nr 6.1 RID/ADR.

W przypadku dostarczenia N-etyloaniliny w cysternach oprócz ww. informacji a) ÷ d) umieszczonych na tabliczce trwale przymocowanej do cysterny pod siatką należy umieścić nalepkę ostrzegawczą nr 6.1 RID/ADR.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe powinny być formowane na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-88/A-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniami i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą i stabilną jednostkę ładunkową.

4.3. Przechowywanie. N-etyloanilinę należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1 lub w stalowych zamkniętych zbiornikach w pomieszczeniach krytych.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 10 września 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 14/1990, poz. 34)

Produkt w opakowaniach ustawić na palecie w jednej warstwie. Liczba palet w stosie — 2.

4.4. Transport. N-etyloanilina jest materiałem niebezpiecznym w myśl przepisów transportowych RID/ADR, zaliczana do klasy 6.1. p. 12c) wg RID/ADR.

N-etyloanilinę w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu lub w cysternach zgodnie z aktualnymi przepisami transportowymi w zakresie materiałów niebezpiecznych¹⁾. Liczba warstw ładowania — 1.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie zawartości N,N-dwuetyloaniliny (3.2a),
- oznaczanie zawartości aniliny (3.2b),
- oznaczanie zawartości wody (3.2c),
- oznaczanie granic temperatur wrzenia (3.2d).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi zawartość najwyżej 250 opakowań napełnionych z jednego zbiornika magazynowego lub zawartość 1 cysterny.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać stosując zasady podane w PN-67/C-04500. Próbkę produktu należy pobierać z bębnow wybranych losowo w zależności od liczności opakowań w partii, w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wylosowanych do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
161 ÷ 250	10

Próbki należy pobierać próbnikiem nr 1 wg PN-74/C-60008 lub szklaną rurą o zwężonym końcu przekroju, zanurzając ją do dna opakowania lub cysterny.

Zawartość opakowania lub cysterny przed pobraniem próbki należy wymieszać. Ilość pobranych próbek pierwotnych z jednego opakowania lub cysterny powinna być taka, aby po sporządzeniu próbki ogólnej można było wydzielić z niej średnią próbkę laboratoryjną o masie nie mniejszej niż 1000 g.

Część średniej próbki laboratoryjnej, w ilości nie mniejszej niż 500 g umieścić w butelce z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem i przechowywać przez 3 miesiące, licząc od daty wysłania produktu, w warunkach zabezpieczających produkt przed zmianą własności fizycznych i chemicznych.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego wykonać wizualnie. Do cylindra kolorymetrycznego ze szkła bezbarwnego o średnicy 25 mm i wysokości 140 mm wlać

badaną N-etyloanilinę i obserwować ją w świetle przechodzącym.

5.4.2. Oznaczanie zawartości N,N-dwuetyloaniliny

5.4.2.1. Zasada metody. Metoda polega na oznaczaniu niezacetylowanej aminy III-rzędowej przez miareczkowanie kwasem *p*-tolueno-sulfonowym w roztworze niewodnym, po uprzednim zacetylowaniu amin I- i II-rzędowych.

5.4.2.2. Odczynniki i roztwory

a) Bezwodnik kwasu octowego cz.d.a.
b) Kwas *p*-toluenosulfonowy cz.d.a., roztwór o $c(C_7H_7SO_3) = 0,05 \text{ mol/l}$ w rozpuszczalniku wg 5.4.2.2d), otrzymany w następujący sposób: do zlewki pojemności 100 ml odważyć szybko z dokładnością do 0,0002 g około 0,1 g wodoroftalanu potasowego (5.4.2.2c), dodać 20 ml rozpuszczalnika (5.4.2.2d) i 10 ml bezwodnika kwasu octowego (5.4.2.2a). Zlewkę ustawić na płytce mieszadła magnetycznego i ogrzewać mieszając do rozpuszczenia wodoroftalanu potasowego. Zawartość zlewki ochłodzić do temperatury pokojowej i miareczkować w układzie elektrod szklana — kalomelowa, dodając z biurety po 0,5 ml roztworu kwasu *p*-toluenosulfonowego (5.4.2.2b), odczytując każdorazowo wartość SEM w mV z dokładnością do 2 mV. Po zaobserwowaniu wyraźnego wzrostu wartości zmian SEM, dodać jeszcze 2 ml odczynnika po 0,5 ml, zapisując wartość SEM w mV i zakończyć miareczkowanie. Wykreślić krzywą miareczkowania, odkładając na osi odciętych objętość roztworu użytego do miareczkowania w ml, a na osi rzędnych odpowiadające im wartości SEM w mV. Punkt końcowy wyznaczyć metodą graficzną lub obliczeniową metodą Hahn'a. Stężenie molowe roztworu kwasu *p*-toluenosulfonowego (*C*) obliczyć w molach na litr wg wzoru

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V \cdot 204,23}$$

w którym:

m — masa wodoroftalanu potasowego, g,

V — objętość roztworu kwasu *p*-toluenosulfonowego użytego do miareczkowania próby, ml,

204,23 — masa molowa wodoroftalanu potasowego, g/mol.

Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,001.

Miano roztworu kontrolować co trzy tygodnie.

Roztwór przechowywać w butelce ze szkła oranżowego.

c) Wodoroftalan potasowy cz.d.a., przygotowany wg PN-81/C-06504 p. 2.2.1.5.

d) Rozpuszczalnik: izopropanol cz.d.a. + glikol etylenowy cz.d.a., 1 + 1(*V/V*).

5.4.2.3. Aparatura

- Pehametr laboratoryjny.
- Elektroda kalomelowa.
- Elektroda szklana.
- Mieszadło magnetyczne.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

5.4.2.4. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 100 ml odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 5 g badanej N-etyloaniliny, wstawić ją do naczynia z lodem i przy ciągłym mieszaniu dodać 10 ml bezwodnika kwasu octowego.

Następnie próbę wyjąć z naczynia z lodem i pozostawić na 15 min w temperaturze pokojowej. Po upływie tego czasu dodać 20 ml rozpuszczalnika (5.4.2.2d) i miareczkować, dodając z biurety po 0,5 ml roztworu *p*-toluenosulfonowego (5.4.2.2b), odczytując każdorazowo wartość SEM w mV z dokładnością do 2 mV. Po zaobserwowaniu wyraźnego wzrostu wartości zmian SEM, dodać jeszcze 2 ml odczynnika po 0,5 ml, zapisując wartość SEM w mV i zakończyć miareczkowanie.

Po uzyskaniu danych wykreślić krzywą miareczkowania, odkładając na osi odciętych objętość roztworu zużytego do miareczkowania w ml, a na osi rzędnych odpowiadające im wartości SEM w mV. Punkt końcowy wyznaczyć metodą graficzną lub obliczeniową metodą Hahn'a. Zawartość N,N-dwuetiloaniliny (X) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot C \cdot 149,23 \cdot 100}{m \cdot 1000}$$

w którym:

V — objętość roztworu kwasu *p*-toluenosulfonowego zużytego do miareczkowania próbki, ml,

C — stężenie molowe kwasu *p*-toluenosulfonowego, mol/l,

m — odważka badanego produktu, g,

149,23 — masa molowa N,N-dwuetiloaniliny, g/mol.

5.4.2.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń między którymi różnica nie przekracza 0,01.

5.4.3. Oznaczanie zawartości aniliny

5.4.3.1. Zasada metody. Metoda polega na selektywnym rozdziale chromatograficznym aniliny od pozostałych składników badanej próbki, wywołaniu chromatogramu przez dwuazowanie tlenkami azotu i sprzęganiu z dwuchlorowodorkiem N-1-naftyloetylenodwuami-ny oraz porównaniu zawartości aniliny w badanej próbce ze skalą wzorcową.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy cz.d.a.
- Anilina cz.d.a.
- Azotyn sodowy cz.d.a.
- Dwuchlorowodorek N-1-naftyloetylenodwuami-ny, roztwór 1%(m/m) w alkoholu etylowym.
- Kwas solny cz.d.a.
- Układ rozwijający: chloroform cz.d.a. + metanol cz.d.a. (99 + 1)(V/V).
- Żel krzemionkowy G firmy Merck.

5.4.3.3. Aparatura i przyrządy

- Homogenizator.
- Komora chromatograficzna szklana o wymiarach 25×5×25 cm ze szczelnie dopasowaną pokrywą.

- Mikrostrzykawka pojemności 5 μ l lub mikropipeta.

- Płytki szklane o wymiarach 20×20 cm.

- Rozpylacz cieczy.

- Urządzenie do powlekania płytek chromatograficznych.

5.4.3.4. Przygotowanie roztworu podstawowego aniliny. Do cylindra pomiarowego pojemności 10 ml odważyć 0,1 g aniliny (5.4.3.2b) z dokładnością do 0,0001 g, uzupełnić do kreski alkoholem etylowym (5.4.3.2a) i wymieszać.

5.4.3.5. Przygotowanie roztworów wzorcowych aniliny. Do cylindrów pomiarowych pojemności 10 ml odmierz kolejno: 5, 10, 15 μ l roztworu podstawowego (5.4.3.4), uzupełnić do kreski alkoholem etylowym (5.4.3.2a) i wymieszać.

Przygotowane w ten sposób wzorce odpowiadają: 0,05; 0,1; 0,15% zawartości aniliny w stosunku do roztworu badanej próbki przygotowanego wg 5.4.3.6.

5.4.3.6. Przygotowanie roztworu badanej próbki. Do cylindra lub kolby pomiarowej pojemności 10 ml odważyć 0,1 g badanej próbki z dokładnością do 0,0001 g. Uzupełnić do kreski alkoholem etylowym (5.4.3.2a) i wymieszać.

5.4.3.7. Przygotowanie płytek chromatograficznych. W zlewce pojemności około 200 ml lub odpowiednim pojemniku odważyć 30 g żelu krzemionkowego G (5.4.3.2g), dodać 60 ml wody destylowanej, wymieszać i homogenizować w ciągu 1 min. Otrzymaną zawiesinę pokryć równomiernie płytki (ręcznie lub przy użyciu powlekaacza) na grubość 0,25 mm, pozostawić w pozycji poziomej na co najmniej 1 h. Następnie płytki aktywować w temperaturze 105°C przez 1 h.

Zaktywowane płytki po ostygnięciu użyć do analizy lub wstawić do hermetycznie zamkniętego pojemnika.

Można stosować płytki chromatograficzne gotowe: Silufol R firmy Kavalier Czechosłowacja, Kieselgel 60-G firmy Merck.

5.4.3.8. Przygotowanie komory chromatograficznej. Komorę chromatograficzną wypoziomować, wyłożyć paskiem bibuły do sączenia. Nalać do niej roztworu rozwijającego (5.4.3.2f) do wysokości $1 \div 1,5$ cm. Przykryć szczelnie pokrywką i pozostawić na co najmniej 2 h.

5.4.3.9. Wykonanie oznaczania. Płytkę chromatograficzną (5.4.3.7) podzielić na paski szerokości 2 cm. W odległości 2 cm od dolnego brzegu płytki nanieść na paski przy użyciu mikrostrzykawki lub mikropipety kolejno po 5 μ l roztworów wzorcowych aniliny (5.4.3.5) i roztworu badanej próbki (5.4.3.6). W odległości 10 cm od punktów naniesienia prób zaznaczyć drogę rozwijania chromatogramu.

Następnie płytkę wstawić do przygotowanej wg 5.4.3.8 komory chromatograficznej i rozwijać chromatogram techniką wstępującą na wyznaczonej drodze (orientacyjny czas $20 \div 30$ min). Płytkę wyjąć z komory, wysuszyć do zaniku zapachu chloroformu i poddać przez kilkanaście sekund działaniu tlenków azotu wytworzonych w drugiej komorze z roztworu azotynu so-

dowego i kwasu solnego lub spryskać 1%(m/m) roztworem azotynu sodowego w kwasie solnym o stężeniu $c(\text{HCl}) = 1,0 \text{ mol/l}$.

Usunąć z płytki nadmiar tlenków azotu i spryskać chromatogram równomiernie roztworem dwuchlorowodoru N-1-naftyloetylenodwuaminy (5.4.3.2d).

Anilina wywołuje się w postaci fioletowych plam. W warunkach analizy współczynnik R_F wynosi dla:

— N-etyloaniliny = 0,75,

— aniliny = 0,54.

Porównać intensywność zabarwienia plamy aniliny w badanej próbce z intensywnością zabarwienia odpowiednich wzorców.

5.4.3.10. Wynik końcowy oznaczania. N-etyloanilina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli intensywność zabarwienia plamy aniliny w badanej próbce jest równa lub mniejsza od intensywności zabarwienia odpowiedniego wzorca.

5.4.4. Oznaczanie zawartości wody wykonać wg PN-81/C-04959 metodą bezpośrednią, odważając do analizy 10 g produktu.

5.4.5. Oznaczanie granic temperatur wrzenia wykonać wg PN-88/C-04512.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów wg 3.2 należy wykonać zgodnie z PN-70/N-02120, p. 3.3.2.

5.6. Ocena wyników badań. Partie N-etyloaniliny należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań, podanych w 5.1, są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii produktu wytwórca jest obowiązany wystawić i przesyłać odbiorcy zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę. Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego ORGANIKA-ROKITA — Brzeg Dolny.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-75/6026-28

a) wprowadzono oznaczanie zawartości N,N-dwuetylaniliny,
b) obniżono zawartość aniliny z 0,2 do 0,1%,
c) wprowadzono oznaczanie zawartości aniliny metodą chromatografii cienkowarstwowej,

d) zrezygnowano z pakowania N-etyloaniliny do bębnow z poliolenfin pojemności 115 l.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-88/C-04512 Produkty chemiczne organiczne. Oznaczanie granic temperatur wrzenia

PN-81/C-04959 Oznaczanie zawartości wody metodą Karola Fischera w produktach organicznych i nieorganicznych

PN-81/C-06504 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów buforowych

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

PN-88/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 EUR

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

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-87/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny z obrotami wytłaczanymi

BN-87/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny z obrotami nasadzanymi

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. — Prawo Przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1963 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV). (Dz. TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej stanowiące załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS). (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF) (Dz. TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz. U. nr 67, poz. 301 z 1983 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych wyłączonych z przewozu koleją oraz szczególnych warunków przewozu rzeczy niebezpiecznych dopuszczonych do przewozu (Dz. U. nr 32, poz. 169 z 1987 r.)

4. Symbol wyrobu wg SWW — 1242-271.

5. Autorzy projektu normy — mgr inż. Anna Kopertowska, mgr Lidia Przygodzka — Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego ORGANIKA-ROKITA — Brzeg Dolny.