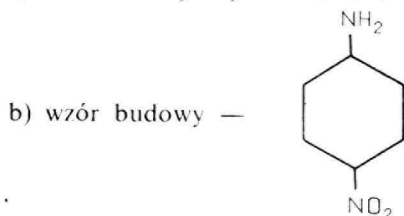


PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-79
	<i>p</i> -Nitroanilina		6021-13
			Zamiast BN-66/6021-13
			Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest *p*-nitroanilina techniczna otrzymana z *p*-nitrochlorobenzenu przez aminowanie. *p*-Nitroanilina ma:

a) wzór sumaryczny — $C_6H_6N_2O_2$,



c) masę cząsteczkową - 138,127 (1966 r.)

d) własności szkodliwe dla zdrowia.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. *p*-Nitroanilina stosowana jest do produkcji barwników i półproduktów barwnikarskich.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od zawartości głównego składnika rozróżnia się dwa rodzaje *p*-nitroaniliny: suchą i wilgotną.

2.2. Przykład oznaczenia *p*-nitroaniliny wilgotnej:

p-NITROANILINA WILGOTNA BN-79/6021-13

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. *p*-Nitroanilina powinna być produktem krystalicznym barwy od żółtej do brunatnej.

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

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje	
	sucha	wilgotna
a) Początek temperatury topnienia wysuszonego produktu, °C, nie niższy niż	147,0	
b) Zawartość <i>p</i> -nitroaniliny, %, nie mniej niż	98,5	80,0
c) Zawartość <i>p</i> -nitrochlorobenzenu	zgodna z wzorcem ¹⁾	
d) Rozpuszczalność w kwasie solnym	całkowita	
e) pH 10-procentowej zawiesiny, nie więcej niż ²⁾	—	8,5

¹⁾ Wzorec *p*-nitroaniliny powinien zawierać nie więcej niż 0,3% *p*-nitrochlorobenzenu.
²⁾ Badać na życzenie odbiorcy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. *p*-Nitroanilinę należy pakować w beczki drewniane wg PN-76/O-78351, pojemności 115 dm³ lub w bębny metalowe lekkie wg BN-76/5046-02, pojemności 100 dm³. Na życzenie odbiorcy *p*-nitroanilinę wilgotną należy pakować w worki polietylenowe wg BN-70/6414-06, a następnie w beczki drewniane lub bębny metalowe.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-76/O-79252. Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

a) nazwę lub znak wytwórni,

b) oznaczenie wg 2.2.

c) masę brutto i netto,

d) numer partii,

e) znak niebezpieczeństwa dla materiałów szkodliwych dla zdrowia wg PN-76/O-79252 p. 2.3.9,

f) klasę niebezpieczeństwa wg PMN - IV a.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach wg PN-75/M-78216.

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. *p*-Nitroanilinę należy przechowywać w suchych pomieszczeniach magazynowych, w temperaturze nie przekraczającej 40°C. W takich warunkach powinna ona odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 w czasie praktycznie nieograniczonym.

4.4. Transport. *p*-Nitroanilinę należy przewozić krytymi środkami transportowymi, zgodnie z obowiązującymi przepisami o przewozie kolejną i na drogach publicznych materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (klasa IV a). Opakowanie należy ładować do środków transportu zgodnie z aktualnymi przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych i samochodów ciężarowych w komunikacji wewnętrznej.

W przypadku transportu morskiego, opakowania z *p*-nitroaniliną podlegają przepisom przewozowym wg klasy 6.1 poz. 130.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1.).

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 20 listopada 1979 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1980 r. (Dz. Norm. i Miar nr 1/1980, poz. 3).

- b) oznaczanie początku temperatury topnienia (3.2 a).
 c) oznaczanie zawartości *p*-nitroaniliny (3.2 b).
 d) oznaczanie zawartości *p*-nitrochlorobenzenu (3.2 c).
 e) oznaczanie rozpuszczalności w kwasie solnym (3.2 d).

f) oznaczanie pH 10-procentowej zawiesiny (3.2 e).

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi około 1500 kg jednorodnego produktu.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać wg PN-67/C-04500.

Z przedstawionej do badań partii *p*-nitroaniliny wybrać w sposób losowy liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wylosować do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać dwie próbki pierwotne każdą o masie co najmniej 100 g. Próbki pobierać jednym z próbników nr 14 ÷ 16 wg PN-74/C-60008. Próbki pierwotne połączyć ze sobą tworząc próbkę ogólną, z której po wymieszaniu pobrać średnią próbkę laboratoryjną o wielkości około 600 g. Średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie części. Jedną część przeznaczyć do wykonania badań, drugą zachować do ewentualnej analizy rozjemczej. Próbkę rozjemczą przechowywać przez 3 miesiące.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie temperatury topnienia. Badaną próbkę w ilości 5 g odważyć w naczynku wagowym z dokładnością do 0,01 g i wysuszyć w suszarce w temperaturze 100 ÷ 105°C do stałej masy. Następnie wykonać oznaczanie temperatury topnienia wg PN-76/C-04513.

5.4.3. Oznaczanie zawartości *p*-nitroaniliny

5.4.3.1. Odczynniki i materiały

- a) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 1N.
 b) Kwas solny cz. (1,19).
 c) Wskaźnik - papierki jodaskrobiowe.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. 3 g *p*-nitroaniliny odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 1 dm³, dodać 45 cm³ kwasu solnego, 100 cm³ wody i lekko podgrzewając mieszać do rozpuszczenia. Następnie dodać 300 cm³ wody i zawartość zlewki ochłodzić zewnątrz lodem do uzyskania temperatury roztworu równej 5°C, po czym rozpocząć miareczkowanie azotynem sodowym. Początkowo azotyn sodowy dodawać szybko, a pod koniec miareczkowania wolniej, sprawdzając jednocześnie papierkiem jodaskrobiowym obecność w roztworze azotynu sodowego. Za koniec miareczkowania należy przyjąć trwale — nie

znikające w ciągu 5 min niebieskofioletowe zabarwienie papierka jodaskrobiowego.

Zawartość *p*-nitroaniliny (*X*) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,13813 \cdot V \cdot 100}{m}$$

w którym:

0,13813 — ilość *p*-nitroaniliny odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1N roztworu azotynu sodowego, g,

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

m — odważka badanej *p*-nitroaniliny, g.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości *p*-nitrochlorobenzenu

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Adsorbent - płytki chromatograficzne firmy:
 — Merck, DC Fertigplatten Kieselgel 60 F₂₅₄ lub Kieselgel 60 (ohne Fluoreszenzindikator),
 — Schleicher and Schüll F 1500.

b) Chlorek cynawy bezwodny ch.cz., roztwór 5-procentowy w 20-procentowym kwasie solnym, przygotowany bezpośrednio przed użyciem.

c) Odczynnik Ehrlicha o składzie: 0,5 g dwumetyloaminobenzaldehydu, 30 cm³ etanolu, 3 cm³ kwasu solnego (1,19) i 180 cm³ butanolu.

d) Rozpuszczalnik - czterochlorek węgla cz.d.a. i octan etylu cz.d.a. zmieszane ze sobą w stosunku 9 : 1. Przygotowany bezpośrednio przed użyciem.

e) Roztwór badany, 10-procentowy roztwór *p*-nitroaniliny przygotowany w następujący sposób: 1 g badanej *p*-nitroaniliny (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy) odważyć z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do zlewki pojemności 25 cm³, rozpuścić w 8 cm³ mieszaniny alkoholu etylowego z acetonem w stosunku 1 : 1, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 10 cm³ i uzupełnić do kreski mieszaniną.

f) Roztwór wzorcowy, 10-procentowy roztwór *p*-nitroaniliny przyjętej za wzorzec, przygotowany wg poz. e).

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. na płytkę chromatograficzną nanieść po 0,005 cm³ roztworu badanego i roztworu wzorcowego na wysokość 1,5 cm od dolnej krawędzi i w odległości 2,5 cm od siebie.

Płytkę z naniesionymi roztworami trzymać przez 10 min na powietrzu w temperaturze pokojowej, po czym umieścić w komorze chromatograficznej, zanurzając na głębokość 0,5 cm w rozpuszczalniku wlanym do rynienki bezpośrednio przed zanurzeniem.

Chromatogram rozwijać w temperaturze 19 ÷ 23°C na wysokość 10 cm. Rozwinięty chromatogram umieścić pod dygestorium na 30 min, po czym spryskać chlorkiem cynawym i umieścić w suszarce w temperaturze 100 ÷ 105°C na 30 min. Po wyjściu z suszarki i ochłodzeniu na powietrzu, spryskać odczynnikiem Ehrlicha i przeprowadzić ocenę wizualną w świetle dziennym lub UV.

W przypadku braku gotowych płytek, oznaczanie można wykonać na płytce szklanej o rozmiarach 16×8 cm pokrytej 3,5 g żelu - Silicagel LS 5/40 μ rozartego dokładnie z 7 cm³ wody. Płytkę wysuszyć na powietrzu do zmatowienia i aktywować przez 1 h w temperaturze 100 ÷ 105°C. Roztwory nanieść na wysokość 2,5 cm od dolnej krawędzi płytki, a chromatogram rozwijać do momentu, aż czoło rozpuszczalnika osiągnie odległość 1 cm od górnej krawędzi płytki.

5.4.5. Oznaczanie rozpuszczalności w kwasie solnym. Próbkę badanej *p*-nitroaniliny w ilości około 5 g starannie rozetrzeć w moździerzu, a następnie z tej ilości odważyć 0,5 g *p*-nitroaniliny, wsypać do kolby stożkowej pojemności 100 cm³, dodać 10 cm³ kwasu solnego (1.19) i mieszając uzupełnić wodą do objętości 50 cm³. Otrzymany roztwór powinien być przezroczysty.

5.4.6. Oznaczanie pH. 5 g *p*-nitroaniliny (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy) odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 100 cm³, dodać 45 cm³ wody, wymieszać i oznaczyć pH. Pomiar wykonać na pehametrze w temperaturze 18 ÷ 23°C z dokładnością do 0,3 pH.

5.5. Ocena wyników badań. Partię *p*-nitroaniliny należy uznać za odpowiadającą wymaganiom normy, jeżeli wyniki badań wg 5.1 są zgodne z 3.1 i 3.2.

5.6. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii *p*-nitroaniliny wytwórca obowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Przemysłu Barwników ORGANIKA-BORUTA, Zgierz.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6021-13

- a) zmieniono metodę oznaczania *p*-nitrochlorobenzenu,
- b) wprowadzono badanie pH 10-procentowej zawiesiny.

3. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-76/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych w kapilarze
- PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie, jednopłytowe, czterowieściowe bez skrzydeł, drewniane 800 x 1200 EUR
- PN-76/0-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-76/0-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki
- PN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie
- BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki politylenowe otwarte, płaskie, bez ład bocznych, zgrzewane

4. Dokumenty związane

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

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik nr 4 do Umowy SMGS Dz.TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych (RID), załącznik I do konwencji CIM, Dz.U. PRI, nr 21, poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27, ust. 4, p. 4 DKP (Dz.TiZK z 1968 r. nr 4, poz. 10).

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon.Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r.).

Rozporządzenie Ministra Żeglugi z dnia 1.II.1974 r. w sprawie transportu morskiego materiałów niebezpiecznych.

5. Symbol wg SWW — 1242-253.

6. Autorzy projektu normy — mgr Dąbka Czarnecka, inż. Wiesława Majewska i Kazimiera Cinkusz — ZPB ORGANIKA-BORUTA, Zgierz.

7. Charakterystyka pożarowa *p*-nitroaniliny

- a) temperatura zapłonu — 213°C,
- b) temperatura samozapłonu — 510°C.