

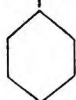
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Produkty organiczne	6026-28
	N-etyloanilina destylowana	Zamiast RN 56/MPCh/1042
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest N-etyloanilina destylowana, otrzymywana przez rektyfikację surowego produktu etylowania aniliny, stosowana do produkcji amin trzeciorzędowych mających różne rodniki, stosowanych w syntezie barwników oraz do produkcji centralitów i przyspieszaczy.

N-etyloanilina ma:

- a) wzór sumaryczny $C_8H_{11}N$
b) wzór budowy $H-N-CH_2 \cdot CH_3$



- c) ciężar cząsteczkowy = 121,184 (1962 r.).

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości podstawowego składnika i aniliny rozróżnia się dwa gatunki N-etyloaniliny oznaczone cyframi rzymskimi: I i II.

1.3. Przykład oznaczenia N-etyloaniliny destylowanej gatunku I:

N-ETYLOANILINA DESTYLOWANA I BN-66/6026-28

1.4. Normy związane

- PN-65/C-04086 Przetwory naftowe. Oznaczanie zawartości wody metodą Fischera
PN/C-04505 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów ciekłych
PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne
PN/C-04512 Oznaczanie temperatury wrzenia jednorodnych substancji organicznych
PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych
PN-61/M-79104 Opakowania metalowe. Beczki z dnami stałymi, ocynkowane (transportowe)

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

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

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg” dnia 14 lipca 1966 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1967 r.
(Mon Pol nr 67/1966 poz 323)

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) N-etyloaniliny, %, co najmniej	98,4	97,0
b) Aniliny, %, nie więcej niż	0,2	0,4
c) Rozpuszczalność w kwasie solnym wg 4.3.5	całkowita	całkowita
d) Wody, %, nie więcej niż ¹⁾	0,1	0,1
e) Destylacja normalna 95% obj. powinno przedestylować w granicach temperatur, °C ²⁾	204 ÷ 206	-
¹⁾ Oznacza się na żądanie odbiorcy.		
²⁾ Oznacza się dla produktu przeznaczonego na eksport.		

3. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie. N-etyloanilinę destylowaną należy ładować do cystern stalowych ocynkowanych albo beczek stalowych lub ocynkowanych pojemności 200 l wg PN-61/M-79104. Opakowania powinny być szczelnie zamknięte.

Na tablicy cysterny oraz na każdej beczce należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórcy,
- oznaczenie wg 1.3,
- numer partii wysyłkowej i datę produkcji,
- wagę brutto i netto,
- kolejny numer opakowania (dotyczy tylko beczek),
- napis "Ostrożnie, środek szkodliwy dla zdrowia".

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

Opakowanie i znakowanie produktu eksportowanego należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

3.2. Przechowywanie. N-etyloanilinę w beczkach należy przechowywać w pomieszczeniach krytych.

3.3. Transport. N-etyloanilina może być transportowana wszelkimi środkami przewozowymi.

4. BADANIA

4.1. Wielkość partii. Partię produktu stanowi cysterna lub najwyżej 250 beczek napełnionych z jednego zbiornika magazynowego.

4.2. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać z każdej cysterny lub z wybranych losowo beczek w liczbie zależnej od wielkości partii (tablica).

Liczba beczek w partii	Liczba beczek, którą należy wziąć do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
161 ÷ 250	10

Przy pobieraniu próbek jednostkowych i przygotowaniu średniej próbki laboratoryjnej stosować postanowienia PN/C-04505 i PN/C-04507. Próbkę należy pobierać szklanym szklankiem 1 wg PN/C-60008 lub szklaną rurką o zwężonym przekroju na końcu. Masa średniej próbki laboratoryjnej nie powinna być mniejsza niż 1000 g. Próbkę do analizy

rozjemosej należy przechowywać w butelkach ze szkła oranżowego z doszlifowanym korkiem przez okres 3 miesięcy od daty wysłania produktu z zakładu. Próbka produktu wysydanego na eksport powinna być przechowywana przez 6 miesięcy.

4.3. Opis badań

4.3.1. Oznaczenie łącznej zawartości N-etyloaniliny i aniliny

4.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz. (1,15 ÷ 1,19).
- b) Anilina cz.
- c) Bromek potasowy cz., roztwór 10-procentowy.
- d) Chlorowoderek aniliny, roztwór przygotowany wg 4.3.1.3.
- e) Azotyn sodowy cz., roztwór przygotowany wg 4.3.1.4.
- f) Papierki jednoskrobiowe, sprawdzone wg 4.3.1.2.

4.3.1.2. Sprawdzanie papierkow jodoskrobiowych Do określenia końca miareczkowania należy używać papierków jodoskrobiowych przechowywanych w ciemnych, zamkniętych, słoikach.

Papierki sprawdzić w następujący sposób.

- a) Roztwór badany przed dodaniem azotynu sodowego nie powinien zabarwiać papierka.
- b) Do zlewki pojemności 500 ml wlać 350 ml wody destylowanej, 10 ml kwasu solnego i 10 ml roztworu bromku potasowego. Następnie dodać po kropli roztworu azotynu sodowego, sprawdzając każdorazowo, czy papierek się barwi. Zabarcwienie papierka powinno wystąpić po dodaniu 1 ÷ 5 kropli roztworu azotynu sodowego.

4.3.1.3. Przygotowanie roztworu chlorowodoru aniliny. Odważyć w naczyniu wagowym z dokładnością do 0,01 g około 10 g świeżo przedestylowanej aniliny i przelać ją do kolby pomiarowej pojemności 250 ml.

Splukać naczynko i lejek szklany 50 ml kwasu solnego, a następnie wodą. Kolbę dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

4.3.1.4. Przygotowanie i mianowanie roztworu azotynu sodowego. Przenieść 25 ml otrzymanego roztworu chlorowodoru aniliny do kolby stożkowej pojemności 750 ml, dodać 300 ÷ 350 ml wody, 10 ml kwasu solnego i 10 ml roztworu bromku potasowego. Rozpuścić 6 ÷ 7 g azotynu sodowego w 200 ml wody i miareczkować nim przygotowaną wyżej i ochłodzoną do temperatury 10 ÷ 15°C próbkę roztworu chlorowodoru aniliny, sprawdzając przebieg miareczkowania papierkiem jodoskrobiowym. W czasie miareczkowania zawartość kolby należy stale mieszać. Miareczkowanie jest zakończone, gdy po odczekaniu 10 min od chwili dodania odczynnika kropla miareczkowanej cieczy, naniesiona na papierek - jodoskrobiowy, zabarwi trwale papierek na kolor niebieski. Zanotować objętość zużytego azotynu sodowego w mililitrach.

Miano azotynu sodowego (N_1) (liczbę gramów etyloaniliny odpowiadającą 1 ml azotynu sodowego) obliczyć wg wzoru

$$N_1 = \frac{1,30m}{10b}$$

w którym:

- m - odważka aniliny, g,
- b - objętość roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, ml,
- 1,30 - współczynnik przeliczeniowy aniliny na etyloanilinę.

4.3.1.5. Wykonanie oznaczenia. Odważyć 10 g N-etyloaniliny, przelać do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, dodać 30 ml stężonego kwasu solnego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Pobrać pipetą 50 ml roztworu do kolby stożkowej pojemności 750 ÷ 1000 ml. Roztwór rozcieńczyć do 400 ml wodą, dodać 10 ml stężonego kwasu solnego

oraz 10 ml 10-procentowego roztworu bromku potasowego i miareczkować roztworem azotynu sodowego w temperaturze $10 \pm 15^{\circ}\text{C}$.

Po każdej dodanej porcji roztworu azotynu sodowego odczekać chwilę, a przy końcu miareczkowania - 10 min, następnie sprawdzić koniec reakcji na papierku jodoskrobiowym.

Zawartość łączną etyloaniliny i aniliny (X_1) przeliczoną na N-etyloanilinę obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{N_1 \cdot V \cdot 5 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V - objętość roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, ml,

N_1 - miano roztworu azotynu sodowego,

m - odważka badanej N-etyloaniliny, g.

4.3.1.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń, między którymi różnica wynosi najwyżej 0,5%.

4.3.2. Oznaczanie zawartości aniliny

4.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek sodowy techniczny.

b) Węglan potasowy techniczny.

c) Sól sodowa kwasu R techniczna, roztwór przygotowany wg 4.3.2.2.

d) Azotyn sodowy, roztwór przygotowany wg 4.3.1.4.

4.3.2.2. Przygotowanie i mianowanie roztworu soli R. Rozpuścić 15 g soli R w 1 l wody i dokładnie wymieszać. W przypadku wystąpienia ewentualnego osadu roztwór należy przesączyć. Pobrać pipetą 50 ml roztworu chlorowodoru aniliny, przygotowanego wg 4.3.1.3, do kolby pomiarowej pojemności 100 ml. Dopełnić kolbę wodą do kreski i wymieszać. 10 ml tego roztworu przenieść do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać 50 ± 100 ml wody i miareczkować w temperaturze $10 \pm 15^{\circ}\text{C}$ roztworem azotynu sodowego dotąd, aż po odczekaniu 10 min kropla miareczkowanej cieczy zabarwi papierek jodoskrobiowy na kolor niebieski.

Miareczkowany roztwór oziębić przez dodanie lodu i utrzymując temperaturę w granicach $0 \pm 3^{\circ}\text{C}$, dodawać małymi porcjami węglan potasowy w proszku, przy czym mieszać energicznie aż do wyraźnej zmiany zabarwienia roztworu (dowód zobojętnienia). Dodać jeszcze mały nadmiar węglanu potasowego i około 5 g soli kuchennej.

Miareczkować otrzymany roztwór przygotowanym wyżej roztworem soli R w temperaturze $0 - 3^{\circ}\text{C}$ tak długo, aż kropla roztworu soli R i kropla miareczkowanego roztworu naniezione na bibułę przestaną dawać ozerwone zabarwienie na styku wilgotnych plam. Przed każdym nanoszeniem na bibułę cieczy miareczkowanej odczekać co najmniej 3 min po dodaniu kolejnej porcji odczynnika.

Miano roztworu soli R (N_2) (liczbę gramów aniliny odpowiadającą 1 ml soli R) obliczyć wg wzoru

$$N_2 = \frac{m}{50 \cdot V}$$

w którym:

m - odważka aniliny (około 10 g) wg 4.3.1.3,

V - objętość roztworu soli R zużytego do miareczkowania, ml.

4.3.2.3. Wykonanie oznaczania. 25 ml roztworu N-etyloaniliny przygotowanego wg 4.3.1.5 odpipetować do kolby stożkowej i w temperaturze $10 \pm 15^{\circ}\text{C}$ powoli miareczkować roztworem azotynu sodowego do trwałego zabarwienia papierka jodoskrobiowego. Po każdym dodaniu porcji roztworu azotynu sodowego odczekać 3 min, a potem nanieść kroplę cieczy na papierek jodoskrobiowy. Następnie roztwór ten zobojętnić węglanem potasowym

i dodać soli kuchennej cz. w celu wysolenia powstającego barwnika. Całość miareczkować w temperaturze $0 + 3^{\circ}\text{C}$ 0,05n roztworem soli R.

Miareczkować tak długo, aż krople roztworu soli R i miareczkowanego roztworu, naniesione na bibułę do sączenia przestaną dawać czerwone zabarwienie w miejscu styku wilgotnych plam. Przed każdym naniesieniem na bibułę cieczy miareczkowanej odczekać co najmniej 3 min.

Zawartość aniliny (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot N_2}{m} \cdot 10 \cdot 100$$

w którym:

V - objętość roztworu soli R zużytego do miareczkowania, ml,

N_2 - miano roztworu soli R,

m - odważka badanego produktu wg 4.3.1.5, g.

4.3.2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń, między którymi różnica wynosi najwyżej 0,05%.

4.3.3. Obliczanie zawartości N-etyloaniliny. Zawartość N-etyloaniliny (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = X_1 - X_2 \cdot 1,30$$

w którym:

X_2 - zawartość aniliny, %,

X_1 - łączna zawartość N-etyloaniliny i anilin przeliczona na N-etyloanilinę, %,

1,30 - współczynnik przeliczeniowy aniliny na etyloanilinę.

4.3.4. Sprawdzanie rozpuszczalności w 10-procentowym roztworze kwasu solnego. Do cylindra szklanego pojemności 250 ml z doszlifowanym korkiem wlać 20 ml badanej N-etyloaniliny i 80 ml 10-procentowego roztworu kwasu solnego. Zawartość cylindra wytrząsnąć i odstawić do ostygnięcia próbki.

Otrzymany roztwór nie powinien wykazywać zmętnienia lub ewentualnego osadu nierozpuszczalnego w kwasie solnym.

4.3.5. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać wg PN-65/C-04086.

4.3.6. Oznaczanie granic temperatur wrzenia należy wykonać wg PN/C-04512.

K O N I E C