

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	N, N-Dwuetyloanilina techniczna	6026-17 W
		Zamiast BN 64/6026 17
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest dwuetyloanilina techniczna otrzymywana przez etylowanie aniliny. Jest środkiem szkodliwym dla zdrowia.

Dwuetyloanilina ma:

a) wzór sumaryczny $C_{10}H_{15}N$



b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 149,23 (1960 r.).

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Dwuetyloanilina techniczna stosowana jest do produkcji barwników trójfenylometanowych i innych.

2. OZNACZENIE

N,N-DWUETYLOANILINA TECHNICZNA BN-75/6026-17

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Dwuetyloanilina techniczna powinna być cieczą przezroczystą o barwie słomkowej do żółtej, nie zawierającą zanieczyszczeń mechanicznych.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 2 sierpnia 1975 r
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1976 r
(Dz Norm i Miar nr 23/1975 poz 82)

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

Tablica 1

Wymagania	
a) Gęstość w temperaturze 20°C, g/cm ³	0,932-0,937
b) Obniżenie temperatury przy acetylowaniu, °C, nie mniej niż	2,5
c) Monoetyloaniliny, %, nie więcej niż	0,5
d) Wody, %, nie więcej niż	0,2
e) Granice temperatury wrzenia: 95% objętościowych powinno destylować w granicach, °C	216+218

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Dwuetyloanilinę należy pakować do bębnow metalowych ocynkowanych z dnami stałymi, z obręczami wytłaczanymi pojemności 200 dm³ wg BN-69/5046-01 lub bębnow metalowych ocynkowanych z dnami stałymi z obręczami nasadzonymi pojemności 200 dm³ wg BN-69/5046-03, lub bębnow z poliolefin pojemności 115 dm³ odpowiadających wg BN-73/6411-03. Opakowania powinny być szczelnie zamknięte.

Znakowanie opakowań należy wykonać zgodnie z PN-67/C-79252, w sposób widoczny, umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2,
- c) numer partii,
- d) datę produkcji,
- e) masę brutto i netto,
- f) napis ostrzegawczy - OSTROŻNIE - ŚRODEK SZKODLIWY. Napis 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 powinny być formowane na paletach o wymiarach 800×1200 wg PN-68/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Dwuetyloanilinę należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1, lub w zbiornikach zamkniętych, w pomieszczeniach krytych.

4.4. Transport dwuetyloaniliny w opakowaniach wg 4.1 może odbywać się koleją lub samochodem. Przy przewozie koleją należy produkt łą-

dować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając równocześnie opakowania przed przemieszczaniem się w czasie transportu w sposób zgodny z przepisami kolejowymi¹⁾. W transporcie samochodowym należy produkt ładować zgodnie z przepisami o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.¹⁾.

Do transportu dwuetyloaniliny można również stosować cysterny stalowe. Oznakowanie cystern powinno być zgodne z 4.1a) - f). Informacje te powinny być umieszczone na tabliczce trwale przymocowanej do cysterny pod siatką. Wskazane jest umieszczenie napisu ostrzegawczego na poboczniczy cysterny.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) oznaczanie gęstości (3.2a),
- c) oznaczanie obniżenia temperatury przy acetylowaniu (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości monoetyloaniliny (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości wody (3.2d),
- f) oznaczanie granic temperatury wrzenia (3.2e).

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

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać stosując zasady podane w PN-67/G-04500. Próbkę należy pobierać:

- a) z każdej cysterny,
- b) 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, jaką należy wylosować do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 -15	5
16- 25	7
26- 63	8
64-160	9
161-250	10

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe

Próbki należy pobrać próbnikiem nr 1 wg PN-74/C-60008 lub szklaną rurą o zwężonym na końcu przekroju, zanurzając ją do dna opakowania lub cysterny. Zawartość opakowania lub cysterny przed pobraniem próbki należy dokładnie wymieszać. Ilość pobieranych próbek pierwotnych z jednego opakowania bądź cysterny powinna być taka, żeby po sporządzeniu próbki ogólnej (i wymieszaniu jej) można było wydzielić z niej średnią próbkę laboratoryjną o masie nie mniejszej niż 1500 g. Średnie próbki laboratoryjne podzielić na dwie części i umieścić w dwóch butelkach z ciemnego szkła z doszlifowanymi korkami. Próbkę do analizy rozjemczej przechowywać przez 2 miesiące 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.

5.4.2. Oznaczanie gęstości wykonać areometrem wg PN-66/C-04004.

5.4.3. Oznaczanie obniżenia temperatury przy acetylowaniu

5.4.3.1. Zasada oznaczania. Próbkę produktu badanego acetyluje się bezwodnikiem octowym, odczytując temperaturę przed i w czasie acetylowania. Przy acetylowaniu 100-procentowej dwuetyloaniliny występuje stałe obniżenie temperatury o $2,9^{\circ}\text{C}$, a przy dwuetyloanilinie zanieczyszczonej małymi ilościami monoetyloaniliny obniżenie to jest odpowiednio mniejsze.

Na tej podstawie z obniżenia temperatury uzyskanego przy acetylowaniu produktu badanego można określać zawartość w nim monoetyloaniliny.

5.4.3.2. Przyrządy

- a) Szeroka niska parownica szklana pojemności 1500 cm^3 .
- b) Kolba kulista z dnem płaskim, z szeroką szyjką, pojemności $100+150\text{ cm}^3$.
- c) Dwa termometry o zakresie $0 - 50^{\circ}\text{C}$ z działką elementarną $0,1^{\circ}\text{C}$.
- d) Probówka o średnicy 2 cm, długości 10 cm.

5.4.3.3. Odczynniki

- a) Bezwodnik octowy cz.
- b) Ksylen cz.d.a.
- c) Wodorotlenek sodowy granulowany cz.

5.4.3.4. Wykonanie oznaczania. Około 25 g wodorotlenku sodowego wrzucić do kolby stożkowej zawierającej około 250 cm^3 badanej dwuetyloaniliny, zamieszać, odstawić na 24 godz, po czym przesaczyć

przez bibułę do sączenia, 25 cm³ tak osuszonej dwuetyloaniliny wlać do kolby kulistej z dnem płaskim pojemności 100 - 150 cm³, zawierającej 50 cm³ ksylenu. Kolbę zamknąć korkiem zwykłym z umieszczonym w nim termometrem i małym lejkiem szklanym. Zbiorniczek z rtęcią w termometrze powinien być całkowicie zanurzony w cieczy.

Do probówki wlać 25 cm³ bezwodnika octowego. Oba naczynia wstawić do termostatu wodnego o temperaturze pokojowej. Po 20 - 30 min, gdy temperatura cieczy w obu naczyniach wyówna się, należy ją zanotaować, wlać szybko bezwodnik octowy do kolby, wstrząsnąć kolbę i odczytać wskazania termometru.

5.4.3.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oo najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2°C.

5.4.4. Oznaczanie zawartości monoetyloaniliny. Zawartość monoetyloaniliny odczytać z tabl. 3 dla wartości obniżenia temperatury przy acetylowaniu uzyskanej wg 5.4.3.

Tablica 3

Obniżenie temperatury przy acetylowaniu °C	Zawartość monoetyloaniliny %
2,0	1,1
2,1	1,0
2,2	0,9
2,3	0,75
2,4	0,6
2,5	0,5
2,6	0,4
2,7	0,25
2,8	0,1
2,9	0,0

5.4.5. Oznaczanie zawartości wody wykonać metodą Fischera wg PN-65/G-04086 sposobem bezpośrednim, odważając do analizy 10 g produktu.

5.4.6. Oznaczanie granic temperatury wrzenia wykonać wg PN-69/G-04512 z próbki produktu osuszonego wg 5.4.3.4, używając termometru o działce elementarnej 0,1°C i zakresie 200 - 250°C.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczan parametrów wg 3.2 należy wykonać zgodnie z PN-70/N-02120 metoda Z.

5.6. Ocena wyników badań. Partię dwuetyloaniliny 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 wysyłki produktu wytwórca 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 - Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego ROKITA.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6026-17

- a) wprowadzono nowy rodzaj opakowań - bębny polietylenowe pojemności 115 dm³,
- b) wprowadzono nowy środek transportu - cysterny stalowe,
- c) wyeliminowano z oznaczania rozpuszczalności dwuetyloaniliny w kwasie solnym oraz obliczania zawartości dwuetyloaniliny.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)
- PN-65/C-04086 Przetwory naftowe. Oznaczanie zawartości wody metodą Fischera
- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-69/C-04512 Produkty organiczne. Oznaczanie granic temperatur wrzenia
- PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-68/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe drewniane czterowiejsio-
we bez skrzydeł 800 X 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
wytlaczanymi
- BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami
nasadzonymi
- BN-73/6411-03 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Bębny z polio-
lefin. Wymagania i badania
- Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji we-
wnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27 ust. 4, pkt. 4 DKP)

- Przepisy o ładowaniu i rozładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 23 poz. 123)
- Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz.T i ZK nr 20 poz. 84 z 1968 r.)
- Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U PRL nr 35 poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971 r.)
- Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej stanowiące załącznik 4 do Umowy SMGS (Dz.T i ZK nr 7 poz. 35 z 1966 r.)
- Regulamin międzynarodowy dla przewozu koleją towarów niebezpiecznych - RJD stanowiący załącznik 1 do konwencji CJM (Dz.U PRL nr 21 poz 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.)

4. Autor projektu normy - inż. Zofia Nowak - NZPO ROKITA.