

बीटा पिकोलीन - विशिष्टि

BETA PICOLINE — SPECIFICATION

आईसीएस 71.080.30

© बीआईएस 2013



भारतीय मानक ब्यूरो
BUREAU OF INDIAN STANDARDS
मानक भवन, 9 बहादुर शाह ज़फर मार्ग, नई दिल्ली - 110002
MANAK BHAVAN, 9 BAHADUR SHAH ZAFAR MARG
NEW DELHI - 110002
www.bis.gov.in www.standardsbis.in

प्राक्कथन

भारतीय मानक ब्यूरो द्वारा यह भारतीय मानक कार्बनिक रसायन, अल्कोहल और संबद्ध उत्पादों और डाई इंटरमीडिएट विषय समिति द्वारा मसौदे को अंतिम रूप दिए जाने और पेट्रोलियम, कोयला और संबंधित उत्पाद विभागीय परिषद द्वारा अनुमोदित किए जाने के बाद अपनाया गया ।

बीटा पिकोलीन का उपयोग एगोकेमिकल्स, विटामिन बी3, थर्मोप्लास्टिक्स और पॉलिमर के निर्माण में किया जाता है।

इस मानक के अनुसार किए गए किसी परीक्षण या विश्लेषण के परिणामों की रिपोर्ट करते समय, यदि अंतिम मान, प्रेक्षित या परिकल्पित, पूर्णांकित किया जाना है, तो उसे आईएस 2 : 1960 'संख्यात्मक मानों के पूर्णांकन संबंधी नियम (पुनरीक्षित)' के अनुसार पूर्णांक में बदल दिया जाए।

सारणी 1 बीटा पिकोलीन के लिए अपेक्षाएं
(खंड 3.3)

क्रम संख्या	लाक्षणिक	अपेक्षा	परीक्षण की विधि, इस मानक के अनुलग्नक की संदर्भ संख्या
(1)	(2)	(3)	(4)
i)	बीटा पिकोलीन मात्रा, द्रव्यमान के अनुसार प्रतिशत, न्यूनतम	98.5	क
ii)	2-एथिल पाइरीडीन मात्रा, द्रव्यमान के अनुसार प्रतिशत, अधिकतम	0.4	क
iii)	अल्फा पिकोलीन मात्रा, द्रव्यमान के अनुसार प्रतिशत, अधिकतम	0.2	क
iv)	गामा पिकोलीन मात्रा, द्रव्यमान के अनुसार प्रतिशत, अधिकतम	0.6	क
v)	अन्य अज्ञात अशुद्धियाँ, द्रव्यमान के अनुसार प्रतिशत, अधिकतम	0.2	क
vi)	नमी अंश, द्रव्यमान के अनुसार प्रतिशत, अधिकतम	0.1	ख

4.2.2 भारतीय मानक ब्यूरो की प्रमाणन मुहर

धारक पर मानक मुहर भी अंकित की जा सकती है।

4.2.2.1 मानक मुहर का उपयोग भारतीय मानक ब्यूरो अधिनियम, 1986 के प्रावधानों तथा उसके अधीन बने नियमों एवं विनियमों के अनुसार किया जाता है। जिन शर्तों के अधीन निर्माताओं या उत्पादकों को मानक मुहर का उपयोग करने का लाइसेंस दिया जा सकता है, उनका विवरण भारतीय मानक ब्यूरो से प्राप्त किए जा सकता हैं।

5 नमूने लेना

नमूने लेने की प्रक्रिया और सामग्री के अनुरूपता के

मानदंड का निर्धारण अनुलग्नक ग के अनुसार हो।

6 परीक्षण विधियाँ

6.1 परीक्षण सारणी 1 के कॉलम (4) के अनुसार किए जाए।

6.2 अभिकर्मकों की गुणवत्ता

जब तक अन्यथा निर्दिष्ट न हो, परीक्षणों में शुद्ध रसायन और आसुत जल (आईएस 1070 देखें) का उपयोग किया जाए।

नोट – 'शुद्ध रसायन' का अर्थ उन रसायनों से होगा जिनमें अशुद्धियाँ नहीं होती हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करती है।

अनुलग्नक क

[सारणी 1, क्रम संख्या (1) से (v)]

बीटा पिकोलीन की मात्रा और अशुद्धियों का निर्धारण

क-1 विधि की रूपरेखा

बीटा पिकोलीन के साथ अन्य घटकों की मात्रा गैस क्रोमैटोग्राफी द्वारा निर्धारित की जाती है। यहां दी गई क्रोमैटोग्राफिक स्थितियां केवल मार्गदर्शन के लिए हैं। बीटा पिकोलीन के लिए विशिष्ट क्रोमैटोग्राम चित्र 1 में दिखाया गया है।

क-2 उपकरण

क-2.1 गैस क्रोमैटोग्राफ – केशिका स्तंभ का उपयोग करते हुए फ्लेम-आयनीकरण डिटेक्टर से लैस एक गैस क्रोमैटोग्राफ।

क-2.2 डेटा अधिग्रहण प्रणाली – क्रोमैटोग्राफिक डेटा प्राप्त करने और क्रोमैटोग्राफिक शिखरों को एकीकृत करने में सक्षम प्रणाली।

क-2.3 कॉलम – सीपी-सिल – 52 सीबी वैक्स, 60 मीटर लंबा, 0.25 मिलीमीटर आंतरिक व्यास, 0.25 माइक्रोमीटर फिल्म मोटाई (डीएफ)।

क-3 अभिकर्मक

क-3.1 2-एथिलपाइरीडीन का प्रमाणित संदर्भ/कार्य मानक

क-3.2 अल्फा पिकोलीन का प्रमाणित संदर्भ/कार्य मानक

क-3.3 बीटा पिकोलीन का प्रमाणित संदर्भ/कार्य मानक

क-3.4 गामा पिकोलीन का प्रमाणित संदर्भ/कार्य मानक

क-3.5 आंतरिक मानक – पेंटाडेकेन (99 प्रतिशत से अधिक शुद्धता)।

नोट – प्रमाणित संदर्भ सामग्री के आधार पर कार्य मानक तैयार किया जाता है।

क-4 कार्यप्रणाली

क-4.1 गैस क्रोमैटोग्राफ के प्रचालन पैरामीटर

क-4.1.1 इंजेक्टर का तापमान : 240 °सेल्सियस

क-4.1.2 डिटेक्टर का तापमान : 250 °सेल्सियस

क-4.1.3 वाहक प्रवाह (N_2) : 1.5 मिलीलीटर/मिनट

क-4.1.4 विभाजन अनुपात : 1 : 100

क-4.1.5 मेकअप फ्लो (N_2) : 20 मिलीलीटर/मिनट

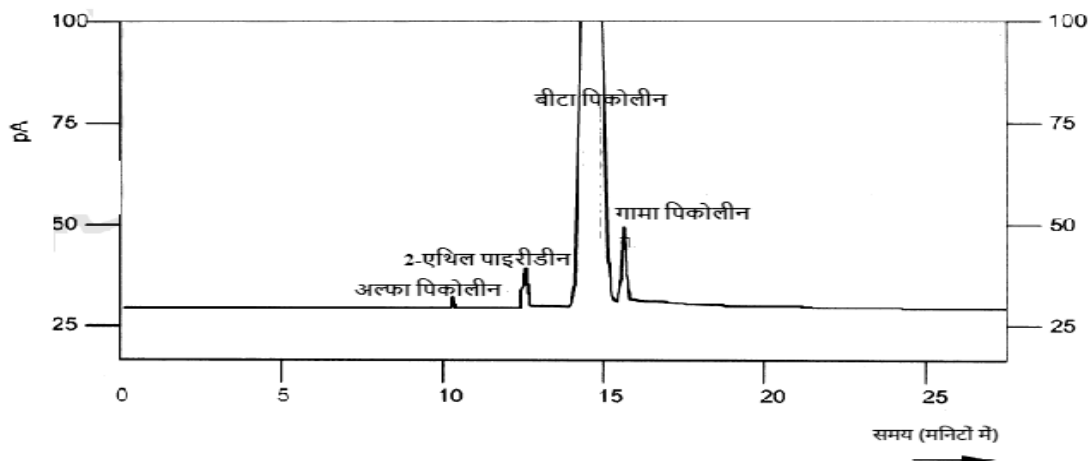
क-4.1.6 ओवन का तापमान : 75 °सेल्सियस
18 मिनट के लिए

क-4.1.7 ओवन का तापमान : 200 °सेल्सियस 6
मिनट के लिए

क-4.1.8 प्रोग्रामिंग दर : 10 °सेल्सियस/मिनट

क-4.1.9 कुल रन टाइम : 36.5 मिनट

क-4.1.10 इंजेक्शन की मात्रा : अंशांकन समाधान का
1.0 माइक्रोलीटर, मानक
और परीक्षण नमूने के
0.2 माइक्रोलीटर



चित्र 1 बीटा पिकोलीन का एक विशिष्ट क्रोमैटोग्राम – नमूना घोल

क-4.2 आंतरिक मानक घोल तैयार करना

क-4.2.1 लगभग 1 000 मिलीग्राम पेंटाडेकेन को सही-सही तोलें और एक 100 मिलीलीटर के वॉल्यूमेट्रिक फ्लास्क में स्थानांतरित करें। मात्रा में सामग्री को भंग करने और पतला करने के लिए मेथनॉल डालें। यदि आवश्यक हो, तो सॉनीकेट करें या तब तक हिलाएं जब तक कि स्टॉक का घोल पारदर्शी न हो जाए और ठंडी जगह पर रख दें।

क-4.2.2 उपरोक्त 4.0 मिलीलीटर घोल को एक और 100 मिलीलीटर वॉल्यूमेट्रिक फ्लास्क में पिपेट करें और मेथनॉल के साथ निशान तक पतला करें। पेंटाडेकेन की अंतिम सांद्रता लगभग 0.4 मिलीग्राम/मिलीलीटर है।

क-4.3 अंशशोधन के लिए मानक घोल तैयार करना

क-4.3.1 बीटा पिकोलीन के 960 मिलीग्राम \pm 0.5 मिलीग्राम मानक और 2-एथिलपाइरीडीन, अल्फा पिकोलीन और गामा पिकोलीन के प्रत्येक मानक के 10 मिलीग्राम को एक साफ और सूखी शीशी में अच्छी तरह से तोलें और अच्छी तरह मिलाएं।

क-4.3.2 उपरोक्त सिंथेटिक मिश्रण के लगभग 400 मिलीग्राम \pm 0.5 मिलीग्राम को एक 10 मिलीलीटर वॉल्यूमेट्रिक फ्लास्क में सटीक रूप से तोलें और पिपेट द्वारा आंतरिक मानक घोल के

10.0 मिलीलीटर को सटीक रूप से डालें। सामग्री को घोलें और मिलाएँ। इस प्रकार तैयार किए गए घोल को अंशशोधन घोल कहा जाता है।

क-4.4 कार्यप्रणाली

क-4.4.1 कॉलम को 200 °सेल्सियस पर 30 मिनट के लिए कंडीशन करें। गैस क्रोमैटोग्राफ को 75 °सेल्सियस पर संतुलित करने दें और विश्लेषण के लिए आगे बढ़ने से पहले एक स्थिर आधार रेखा प्राप्त करें। सिस्टम उपयुक्तता के विश्लेषण और मूल्यांकन के लिए अनुशासित अनुक्रम निम्नलिखित है:

- क) 1.0 माइक्रोलीटर इंजेक्ट करें – ब्लैंक (मेथनॉल) (एकल इंजेक्शन)।
- ख) 1.0 माइक्रोलीटर इंजेक्ट करें – अंशशोधन घोल (डुप्लिकेट इंजेक्शन)।
सिस्टम को आगे बढ़ने से पहले सारणी 2 के अनुसार उपयुक्तता मानदंडों को पूरा करना चाहिए और 0.001 के निकटतम अंशशोधन मानक क्रोमैटोग्राम से प्रतिक्रिया कारक निर्धारित करना चाहिए।
- ग) 0.2 माइक्रोलीटर (शुद्ध) इंजेक्ट करें – मानक और प्रत्येक परीक्षण नमूना (एकल इंजेक्शन)।

सारणी 2 प्रणाली उपयुक्तता के लिए मानदंड

क्र. सं.	विधि कार्यकारिता पैरामीटर	मानदंड
(1)	(2)	(3)
i)	सभी विश्लेषण के लिए पूंछ कारक	≤ 2.5
ii)	सभी अशुद्धियों के बीच वियोजन	≥ 1.5

क-4.5 परिकलन

क-4.5.1 अंशशोधन कारक या प्रतिक्रिया कारक का परिकलन – प्रत्येक शिखर के क्षेत्र को उसके द्रव्यमान से विभाजित करके क्षेत्र/द्रव्यमान (ए/एम) अनुपात का परिकलन करें:

घटक	द्रव्यमान, प्रतिशत क्षेत्र	ए/एम
पेंटाडेकेन	1.0	A_1 $A_1/1.0 = K$
2-एथिलपाइरीडीन	1.0	A_2 $A_2/1.0 = L$
अल्फा पिकोलीन	1.0	A_3 $A_3/1.0 = M$
बीटा पिकोलीन	96.0	A_4 $A_4/96.0 = N$
गामा पिकोलीन	1.0	A_5 $A_5/1.0 = O$

क-4.5.2 अंशशोधन घोल में वास्तविक द्रव्यमान प्रतिशत का परिकलन – स्वेच्छा से आंतरिक मानक प्रतिक्रिया कारक को 1.0 पर सेट करें और अन्य घटकों के प्रतिक्रिया कारक निम्नानुसार ढूंढें:

घटक	ढाल	प्रतिक्रिया कारक
पेंटाडेकेन	K / K	1.000 0
2-एथिलपाइरीडीन	K / L	प्राप्त मान
अल्फा पिकोलीन	K / M	प्राप्त मान
बीटा पिकोलीन	K / N	प्राप्त मान
गामा पिकोलीन	K / O	प्राप्त मान

क-4.5.3 शिखरों के वास्तविक क्षेत्रों को प्राप्त करने के लिए क्षेत्रों को उनके प्रतिक्रिया कारक से गुणा करें। कुल वास्तविक क्षेत्र प्राप्त करने के लिए अन्य अनिर्दिष्ट क्षेत्र को सही क्षेत्र के साथ जोड़ें और निम्नलिखित के अनुसार परिकलन करें:

नमूने में घटक 'n', द्रव्यमान

$$\text{के अनुसार प्रतिशत} = \frac{A_n \times (100 - m)}{A_t}$$

जहाँ

A_n = घटक का सही क्षेत्र 'n';

m = नमूने में पानी का प्रतिशत; तथा

A_t = कुल वास्तविक शिखर क्षेत्र।

क-4.5.3 बीटा पिकोलीन में रुचि घटकों का विशिष्ट अवधारण समय सारणी 3 में दिया गया है।

सारणी 3 बीटा पिकोलीन में रुचि घटकों का विशिष्ट अवधारण समय

क्र. सं.	घटक का नाम	अवधारण समय (मिनट में)
(1)	(2)	(3)
i)	अल्फा पिकोलीन	11.9
ii)	2-एथिलपाइरीडीन	16.1
iii)	बीटा पिकोलीन	17.5
iv)	गामा पिकोलीन	17.8
v)	पेंटाडेकेन	25.6

अनुलग्नक ख
[सारणी 1, क्रमांक (vi)]
नमी की मात्रा का निर्धारण

ख-1 सामान्य

नमी का निर्धारण कार्ल फिशर विधि द्वारा किया जाता है।

ख-2 प्रक्रिया

ख-2.1 सामग्री का लगभग 10 ग्राम वजन करें और आईएस 2362 में दी गई प्रक्रिया द्वारा नमी का मात्रा निर्धारित को करें।

अनुलग्नक ग
(खंड 5)

बीटा पिकोलीन का नमूना लेना

ग-1 नमूना लेने के लिए सामान्य आवश्यकताएँ

ग-1.1 नमूने एक सुरक्षित स्थान पर लिए जाएंगे जो नम हवा, धूल या कालिख के संपर्क में न हों।

ग-1.2 नमूना लेने का उपकरण साफ और सूखा होना चाहिए।

ग-1.3 नमूने, सामग्री जिनका नमूना लिया जा रहा है, नमूना लेने के उपकरण और नमूने के लिए धारकों को आकस्मिक दूषण से बचाने के लिए सावधानियां बरती जाए।

ग-1.4 एक प्रतिनिधि नमूना लेने के लिए, नमूने के लिए चुने गए प्रत्येक धारक की सामग्री को उपयुक्त माध्यमों से यथासंभव अच्छी तरह मिलाया जाए।

ग-1.5 नमूने को उपयुक्त, साफ, सूखी और हवा बंद कांच की बोतलों या अन्य उपयुक्त धारकों में रखा जाएगा, जिस पर सामग्री का कोई असर नहीं होता है।

ग-1.6 नमूने के धारक इस तरह के आकार के होंगे कि वे नमूने से लगभग तीन-चौथाई भरे हुए हों।

ग-1.7 प्रत्येक नमूने के धारक को भरने के बाद एयर टाइट सील कर दिया जाए, और नमूना लेने के पूरे विवरण, नमूना लेने की तारीख और 4.2 के तहत दिए गए विवरणों के साथ अंकित किया जाए।

ग-2 नमूना लेने का पैमाना

ग-2.1 खेप – निर्माण के एक खेप से निकाले गए समान ग्रेड की सामग्री के एक ही खेप में सभी धारक एक राशि का गठन करेंगे। यदि एक खेप को निर्माण के विभिन्न खेपों से मिलकर घोषित किया जाता है, तो खेपों को अलग से अंकित किया जाए और प्रत्येक खेप में धारकों का समूह अलग-अलग खेप का गठन है।

ग-2.2 इस विनिर्देश की आवश्यकताओं के लिए किसी भी राशि में सामग्री की अनुरूपता का पता लगाने के लिए, प्रत्येक खेप के लिए अलग से नमूने का परीक्षण किया जाए।

ग-2.3 विभिन्न आकारों के बहुत से यादृच्छिक रूप से चुने जाने वाले धारकों की संख्या सारणी 4 के अनुसार हो।

सारणी 4 विभिन्न आकारों की खेपों में से चुने जाने वाले धारकों की संख्या

क्रम संख्या	खेप का आकार 'N'	नमूने का आकार 'n'
(1)	(2)	(3)
i)	3 से 15	3
ii)	16 से 40	4
iii)	41 से 110	5
iv)	111 से 180	6
v)	181 से 300	7
vi)	301 से 500	8
vii)	501 और उससे अधिक	9

ग-2.4 धारकों को एक उपयुक्त यादृच्छिक संख्या सारणी की सहायता से राशि से यादृच्छिक रूप से चुना जाए। यादृच्छिक चयन प्रक्रियाओं के मार्गदर्शन के लिए आईएस 4905 का संदर्भ लिया जा सकता है।

ग-3 परीक्षण नमूना और निर्णायक नमूना

ग-3.1 ग-2.3 के अनुसार चुने गए प्रत्येक धारक से, एक नमूना बोटल की मदद से धारक के विभिन्न हिस्सों से सामग्री का एक प्रतिनिधि भाग बनाएं। इस हिस्से में से प्रत्येक धारक से समान मात्रा में सामग्री ली जाए और लगभग 1500 मिलीलीटर का मिश्रित नमूना बनाने के लिए अच्छी तरह मिलाया जाए। यह मिश्रित नमूना पूरी तरह से मिश्रित और तीन बराबर भागों में विभाजित करें, एक क्रेता के लिए, दूसरा आपूर्तिकर्ता के लिए और तीसरा निर्णायक के लिए।

ग-3.2 ग-2.3 के अनुसार प्रत्येक चयनित धारक से संबंधित शेष भाग को तीन बराबर भागों में विभाजित करें, प्रत्येक एक अलग नमूना बना रहा है। चयनित n धारकों का प्रतिनिधित्व करने वाले व्यक्तिगत नमूनों का एक सेट क्रेता के लिए होगा, दूसरा आपूर्तिकर्ता के लिए और तीसरा निर्णायक के लिए हो।

ग-3.3 सभी एकल और मिश्रित नमूने को अलग - अलग धारकों में स्थानांतरित करें। फिर इन धारकों को स्टॉपर्स के साथ एयर-टाइट सील

करें और **ग-1.7** में दिए गए पूर्ण पहचान विवरण के साथ लेबल करें।

ग-3.4 निर्णायक नमूनों में एक समग्र नमूना और n एकल नमूनों का एक सेट होता है, जिसमें क्रेता और आपूर्तिकर्ता दोनों की मुहर होती है और दोनों के बीच सहमत स्थान पर रखा जाता है। इनका उपयोग दोनों के बीच किसी भी विवाद के मामले में किया जाएगा।

ग-4 परीक्षण

ग-4.1 बीटा पिकोलीन की मात्रा और नमी के लिए परीक्षण अलग-अलग नमूनों पर किए जाएंगे।

ग-4.2 शेष विशेषताओं के लिए परीक्षण मिश्रित नमूने पर किए जाएंगे।

ग-5 अनुरूपता के लिए मानदंड

ग-5.1 एकल नमूनों के लिए – खेप को बीटा पिकोलीन सामग्री और नमी की आवश्यकताओं के अनुरूप घोषित किया जाएगा यदि एकल नमूनों पर प्रत्येक परीक्षण के परिणाम परीक्षण की संगत आवश्यकता को पूरा करते हैं।

ग-5.2 संमिश्र नमूने के लिए – संमिश्र नमूने पर परीक्षण की गई अन्य सभी विशेषताओं की आवश्यकताओं के लिए राशि की अनुरूपता की घोषणा करने के लिए, परीक्षण के परिणाम 3 और सारणी 1 में दी गई प्रासंगिक आवश्यकताओं को पूरा करेंगे।

विवाद की स्थिति में इस मानक का अंग्रेजी पाठ मान्य होगा।

In case of dispute, English version of this standard shall be authentic.

भारतीय मानक ब्यूरो

भामा ब्यूरो मानकीकरण के कार्यकलापों के सुमेलित विकास, वस्तुओं के मुहरांकन तथा गुणता प्रमाणन एवं देश में इससे संबंधित मुद्दों पर विचार करने के लिए वर्ष 1986 में भारतीय मानक ब्यूरो अधिनियम के अंतर्गत स्थापित एक वैधानिक निकाय है।

कॉपीराइट

भामा ब्यूरो के सभी प्रकाशनों पर इसका सर्वाधिकार है। इन प्रकाशनों को किसी भी प्रकार भा मा ब्यूरो से लिखित अनुमति के बिना किसी भी रूप में पुनरुत्पादित नहीं किया जा सकता है। मानक के कार्यान्वयन के दौरान, यह मुक्त रूप से आवश्यक ब्यूरो के उपयोग करने से वंचित नहीं करता, जैसे संकेत और आकार, टाइप या ग्रेड पद। कॉपीराइट से संबंधित पूछताछ निदेशक (प्रकाशन), भामा ब्यूरो को संबंधित की जाए।

भारतीय मानकों की समीक्षा

समय-समय पर मानकों की समीक्षा भी की जाती है; जब उक्त समीक्षा इंगित करती है कि किसी परिवर्तन की आवश्यकता नहीं है; यदि समीक्षा इंगित करती है कि परिवर्तनों की आवश्यकता है तो इसका पुनरीक्षण किया जाता है। भारतीय मानकों के प्रयोक्ताओं को यह निश्चित करना चाहिए कि उनके पास नवीनतम संशोधन या संस्करण है। निम्नलिखित संदर्भ देते हुए भामाब्यूरो को इस संबंध में अपने विचार भेजें।

यह भारतीय मानक प्रलेख सं.: पीसीडी 09 (2534) से विकसित किया गया है।

प्रकाशन से अब तक जारी संशोधन

संशोधन सं.	जारी करने की तिथि	प्रभावित पाठ्य

भारतीय मानक ब्यूरो

मुख्यालय: मानक भवन, 9, बहादुरशाह जफर मार्ग नई दिल्ली -110002 टेलीफोन : 23230131, 23233375, 23239402	वेबसाइट: www.bis.org.in /तार: मानक संस्था
क्षेत्रीय कार्यालय:	टेलीफोन
केन्द्रीय : मानक भवन, 9, बहादुरशाह जफर मार्ग नई दिल्ली-110002	23237617, 23233841
पूर्वी : 1/14 सीआईटी योजना 8 एम, वीआईपी रोड कोलकाता 700054	23238499, 23378561 23278626, 23379120
उत्तरी : एससीओ 335-336, सेक्टर 34-ए, चण्डीगढ़ 160022	2603843, 2609285
दक्षिणी : सीआईटी परिसर, IV क्रॉस रोड, चैन्नई 600113	22541216, 22541442 22542519, 22542315
पश्चिमी : मानकालय, ई9 एमआईडीसी, मरोल, अंधेरी (पूर्वी) मुम्बई 400093	28329295, 28327858 28327891, 28327892
शाखाएँ : अहमदाबाद, बंगलौर, भोपाल, भुवनेश्वर, कोयंबटूर, फरीदाबाद, गाजियाबाद, गुवाहाटी, हैदराबाद, जयपुर, कानपुर, लखनऊ, नागपुर, पटना, पुणे, राजकोट, तिरुवनन्तपुरम, विशाखापट्टनम	

भारतीय मानक ब्यूरो, नई दिल्ली द्वारा प्रकाशित