

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA		BN-79
	Półprodukty do barwników p-Nitrofenol		6021-07
			Zamiast BN-64/6021-07
			Grupa katalogowa X 22

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest p-Nitrofenol otrzymywany z p-nitrochlorobenzenu przez hydrolizę za pomocą alkaliów.

p-Nitrofenol ma:

- a) wzór sumaryczny - $C_6H_5O_3N$,
b) wzór budowy



- c) masę cząsteczkową - 202, 56 (1960 r.).

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2. 1. Gatunki. W zależności od procentowej zawartości p-Nitrofenolu i od temperatury krystalizacji rozróżnia się dwa gatunki: I i II.

2. 2. Przykład oznaczenia p-Nitrofenolu gat. I:

p-NITROFENOL I BN-79/6021-07

3. WYMAGANIA

3. 1. Wygląd zewnętrzny. p-Nitrofenol powinien być produktem krystalicznym o barwie żółtej do ciemnobrązowej.

3. 2. Wymagania chemiczne i fizyczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) p-Nitrofenolu, %, nie mniej niż	90	87
b) Temperatura krystalizacji, °C, nie niższa niż	111	109

3. 3. Trwałość. p-Nitrofenol przechowywany zgodnie z 4. 3 powinien odpowiadać wymaganiom wg 3. 1 i 3. 2 w ciągu 2 lat od daty wyprodukowania.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4. 1. Pakowanie. p-Nitrofenol należy pakować do beczek drewnianych klepkowych pojemności 115 dm³ wg PN-76/O-79351 albo do bębnow stalowych z dnami zdejmowanymi z obręczami wytłaczanymi, pojemności 200 dm³, wg BN-76/5046-01. Opakowania powinny być szczelnie zamknięte.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-76/O-79252, w sposób widoczny, umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
b) oznaczenie wg 2. 2,
c) numer partii,
d) datę produkcji,
e) masę brutto i netto,
f) napis ostrzegawczy OSTROŻNIE, ŚRODEK SZKODLIWY; napis powinien być wykonany literami czerwonymi 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 x 1200 wg PN-75/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przemieszczaniem się i deformacją.

4. 3. Przechowywanie. p-Nitrofenol należy przechowywać w opakowaniach wg 4. 1 chroniąc przed działaniem światła, w krytych pomieszczeniach magazynowych.

4. 4. Transport. p-Nitrofenol w opakowaniach wg 4. 1 można przewozić dowolnymi środkami transportu. Przy przewozie koleją należy produkt ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając równocześnie przed przemieszczaniem się w czasie transportu, w sposób zgodny z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych.

W transporcie samochodowym należy produkt ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 8 marca 1979 r.
jako norma obowiązująca od dnia 8 marca 1980 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1979 poz. 60)

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) oznaczanie zawartości p-Nitrofenolu (3.2a),
- c) oznaczanie temperatury krystalizacji (3.2b).

5.2. Wielkość partii. Partię p-Nitrofenolu stanowi najwyżej 10000 kg.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej - wg PN-67/C-04500. Próbki należy pobierać z bębnow wytypowanych losowo w zależności od liczności opakowań w partii, w liczbie podanej w 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
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
161 ÷ 250	10

Z każdego wylosowanego opakowania pobrać z całej warstwy produktu, próbnikiem nr 14 wg PN-74/C-60008 taką liczbę próbek, aby po sporządzeniu próbki ogólnej i wymieszaniu jej można było wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o masie 500 g. Próbkę tę podzielić na dwie równe części. Jedną przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analiz rozjemczych, w warunkach zabezpieczających produkt przed zmianą własności fizycznych i chemicznych - przez okres 3 miesięcy w przypadku odbiorcy krajowego i 6 miesięcy w przypadku przesyłek kierowanych na eksport.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości p-Nitrofenolu

5.4.2.1. Aparatura

- a) Polarograf LP-60 lub inny z nasyconą elektrodą kalomelową.
- b) Ultratermostat.
- c) Butla z azotem zaopatrzona w reduktor ciśnienia.

5.4.2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Roztwór podstawowy: zmieszać 400 cm³ 0,1N roztworu chlorku litowego, 400 cm³ roztworu trójetanoloaminy i 28 cm³ lodowatego kwasu octowego.

b) Żelatyna spożywcza: roztwór 0,25-procentowy. 0,125 g żelatyny spożywczej odważyć z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 50 cm³ przegotowanej wody. Trwałość roztworu wynosi 3 dni.

c) Aceton cz. d. a.

d) p-Nitrofenol, wzorzec minimum 99-procentowy.

e) Azot techniczny oczyszczony kolejno w dwóch płuczkach zawierających:

- płuczka I - roztwór sporządzony przez zmieszanie, bezpośrednio przed waniem do płuczki, 30-procentowego roztworu pirogallolu z 60-procentowym roztworem wodorotlenku potasowego w stosunku objętościowym 1:5,

- płuczka II - aceton + woda w stosunku objętościowym 1 : 1.

5.4.2.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1 g badanego p-Nitrofenolu z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dodać 50 cm³ acetonu, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A). Odmierzyć pipetą 10 cm³ roztworu A do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór B). Do naczynka polarograficznego odmierzyć 2 cm³ roztworu B, dodać 3 cm³ roztworu podstawowego (5.4.2.2a) i 3 krople żelatyny. Naczynko z roztworem umieścić w termostacie o temperaturze 20°C i przepuszczać azot przez 10 min.

W taki sam sposób przygotować roztwór p-Nitrofenolu wzorcowego (5.4.2.2d).

Wykonać polarogram roztworu próbki badanej i roztworu próbki wzorcowej, rejestrując krzywą polarograficzną od -0,3V do -1V. Wysokość otrzymanych fal polarograficznych wykreślić metodą graficzną.

Przy wykonaniu pomiaru dla roztworu badanego i wzorcowego zachować takie same parametry ustawienia polarografu.

Zawartość p-Nitrofenolu w badanej próbce (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{h_1 \cdot m}{h \cdot m_1} \cdot 100$$

w którym:

h - wysokość fali polarograficznej roztworu badanej próbki, mm,

h₁ - wysokość fali polarograficznej roztworu wzorcowego, mm,

m - odważka próbki wzorcowej, g,

m₁ - odważka próbki badanej, g.

5.4.2.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 1,5.

5.4.3. Oznaczanie temperatury krystalizacji. Odważyć około 40 g badanego produktu w parownicy porcelanowej. Parownicę z produktem umieścić na łaźni olejowej lub piaskowej i suszyć w temperaturze 130°C w ciągu 30 min. Oznaczyć temperaturę krystalizacji wysuszonej próbki wg PN-75/C-04514.

5.4.4. Ocena wyników badań. Partię p-Nitrofenolu na-

leży uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.1 są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.4.5. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii wysyłanego produktu wytwórca obowiązany jest dołączyć zaświadczenie stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca projekt normy - Zakłady Chemiczne ORGANIKA-SARZYNA w Nowej Sarzynie.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6021-07

a) wprowadzono podział na gatunek I i II, zamiast dotychczasowego podziału na produkt eksportowy i produkt na rynek wewnętrzny,

b) wprowadzono metodę polarograficzną oznaczania zawartości p-Nitrofenolu zamiast dotychczas stosowanej metody redukcji,

c) uaktualniono sposób pakowania, przechowywania i transportu p-Nitrofenolu.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-75/C-04514 Oznaczanie temperatury krystalizacji substancji organicznych

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/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki

BN-76/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do DKP (Dz. TiZK z 1968 r., nr 4, poz. 10) wraz z późniejszymi zmianami.

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 23, poz. 123)

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.)

4. Symbol wg SWW 1242-441.

5. Autorzy projektu normy - Janina Zembroń, mgr Jolanta Plechawska, mgr Jacek Soldat - Zakłady Chemiczne ORGANIKA-SARZYNA w Nowej Sarzynie.