

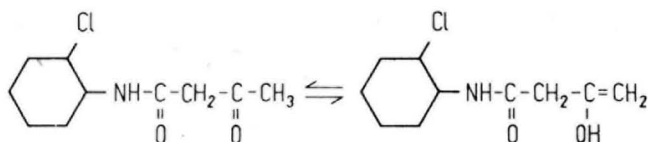
PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-83
	Półprodukty do barwników o-Chloroanilid acetylooctowy	6021-16
		Zamiast BN-67/6021-16
		Grupa katalogowa 1021

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest *o*-chloroanilid acetylooctowy otrzymywany przez kondensację *o*-chloroaniliny z estrem etylowym kwasu acetylooctowego w środowisku chlorobenzenu.

o-Chloroanilid acetylooctowy ma:

- wzór sumaryczny — $C_{10}H_{10}O_2NCl$
- wzór budowy



- masę cząsteczkową — 211,65.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. *o*-Chloroanilid acetylooctowy stosowany jest głównie jako komponent bierny do produkcji pigmentów azowych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od przeznaczenia rozróżnia się dwa rodzaje *o*-chloroanilidu acetylooctowego.

- produkt przeznaczony do obrotu krajowego,
- produkt przeznaczony na eksport.

2.2. Przykład oznaczenia *o*-chloroanilidu acetylooctowego rodzaju A przeznaczonego do obrotu krajowego:
o-CHLOROANILID ACETYLOOCTOWY A BN-83/6021-16

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. *o*-Chloroanilid acetylooctowy powinien być proszkiem barwy od białej do kremowej, bez zapachu chlorobenzenu. Dopuszczalny lekki zapach estru acetylooctowego.

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

Tablica 1

Wymagania	A	B
a) Zawartość <i>o</i> -chloroanilidu acetylooctowego, %, nie mniej niż	99	99
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w 2-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego, %, nie więcej niż	0,3	0,3
c) Temperatura topnienia		
— początku, °C, nie niższa niż	103	104
— końca, °C, nie wyższa niż	104	105

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. *o*-Chloroanilid acetylooctowy należy pakować w bębny lekkie wg BN-76/5046-02 pojemności 100 l, wyłożone folią z polietylenu wg BN-74/6365-01, szczelnie zamknięte. Znakowanie opakowań należy wykonać w sposób widoczny, zgodnie z PN-76/O-79252, umieszczając na każdym opakowaniu trwały i czytelny napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii lub datę produkcji,
- masę brutto i netto,
- znak odbioru KJ.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe powinny być formowane na paletach o wymiarach 800×1200 wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem i deformacją.

4.3. Przechowywanie. *o*-Chloroanilid acetylooctowy należy przechowywać w suchych pomieszczeniach w szczelnie zamkniętych opakowaniach wg 4.1. Czas przechowywania nieograniczony.

4.4. Transport. *o*-Chloroanilid acetylooctowy opakowany wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu. Przy przewozie koleją produkt należy ładować

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 16 czerwca 1983 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1984 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1983 poz. 24)

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 komunikacji wewnętrznej.

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości *o*-chloroanilidu acetylooctowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w 2-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego (3.2b),
- oznaczanie temperatury topnienia (3.2c).

5.2. Wielkość partii. Partię *o*-Chloroanilidu acetylooctowego stanowi nie więcej niż 750 kg produktu.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać wg PN-67/C-04500. Z każdej partii produktu przedstawionej do badań należy wylosować liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek
	sztuk
do 5	wszystkie
6÷15	5
16÷25	7
26÷63	8

Próbki z opakowań jednostkowych należy pobrać próbnikiem nr 14 ÷ 16 wg PN-74/C-60008.

Ilość pobranych z jednego opakowania próbek pierwotnych powinna być taka, aby po sporządzeniu próbki ogólnej i wydzieleniu z niej średniej próbki laboratoryjnej, masa średniej próbki laboratoryjnej nie była mniejsza niż 150 g. Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części, z których jedną przeznaczyć do analizy bieżącej, a drugą przechowywać do ewentualnej analizy rozjemczej przez 3 miesiące od daty wysłania produktu z zakładu produkcyjnego. Próbki z partii przeznaczonych na eksport przechowywać przez 6 miesięcy.

Zarówno naczynia z próbkami do analiz bieżących, jak i do analiz rozjemczych powinny być oznakowane. Oznaczenie powinno zawierać co najmniej:

- nazwę wytwórni,
- nazwę produktu,
- numer partii,
- datę pobrania próbki.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych należy wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości *o*-chloroanilidu acetylooctowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.
- Kwas solny cz. (1,19).
- Azotyn sodowy cz., roztwór mianowany o $c(\text{NaNO}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- Kwas octowy lodowaty, cz.
- Wskaźniki — papierki czerwieni Kongo i jodoskrobiowe.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,5 g *o*-chloroanilidu acetylooctowego z dokładnością do 0,0002 g i przenieść ilościowo do zlewki pojemności 500 ml. Dodać 3 ml wodorotlenku sodowego wg 5.4.2.1a) 25 ml wody. Zlewkę umieścić na mieszkadle magnetycznym i mieszać do rozpuszczenia. Po rozpuszczeniu próbki dodać 100 ml wody, 37,5 ml kwasu octowego lodowatego i 25 ml kwasu solnego wg 5.4.2.1b). Tak przygotowany roztwór miareczkować w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$ roztworem azotynu sodowego wg 5.4.2.1c). Przez cały czas miareczkowania sprawdzać środowisko reakcji za pomocą papierka czerwieni Kongo. Kropla badanego roztworu powinna dać na papierku niebieskie zabarwienie.

Obecność kwasu azotawego sprawdzać za pomocą papierka jodoskrobiowego. Koniec reakcji poznaje się po trwałym zabarwieniu papierka, nie znikającym w ciągu 10 min od dodania ostatniej kropli azotynu sodowego.

Zawartość *o*-chloroanilidu acetylooctowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,021165 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu azotynu sodowego o stężeniu $c(\text{NaNO}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml,

0,021165 — ilość *o*-chloroanilidu acetylooctowego odpowiadająca 1 ml roztworu azotynu sodowego o stężeniu $c(\text{NaNO}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$, g,

m — odważka badanego produktu, g.

5.4.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,3%.

5.4.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w 2-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy, cz. roztwór 2% (m/m).
- Wskaźnik — papierki Żółcieni brylantowej.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. 5 g *o*-chloroanilidu acetylooctowego odważonego z dokładnością do 0,02 g rozpuścić w 120 ml roztworu wodorotlenku sodowego wg 5.4.3.1a), w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$. Po rozpuszczeniu *o*-chloroanilidu acetylooctowego roztwór przesączyć na lejeku analitycznym przez miękki sącdek ilościowy wysuszony do stałej masy w temperaturze $110 \pm 2^\circ\text{C}$ i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Osad na czaku przepłukać wodą o temperaturze pokojowej, do zaniku reakcji alkalicznej wobec papierka zółcieni brylantowej.

Sączek z osadem wysuszyć do stałej masy w temperaturze nie przekraczającej $110 \pm 2^\circ\text{C}$ i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m_1 — masa sączka wraz z osadem, g,

m_2 — masa sączka, g,

m — odważka badanego produktu, g.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,05%.

5.4.4. Oznaczanie temperatury topnienia należy wykonać wg PN-81/C-04513 po uprzednim wysuszeniu próbek w suszarce w temperaturze $60 \div 70^\circ\text{C}$ do stałej masy.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczące końcowych wyników oznaczeń parametrów wg 3.2, należy przeprowadzić wg PN-70/N-02120.

5.6. Ocena wyników badań. Partię *o*-chloroanilidu acetylooctowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeśli wyniki badań wg 5.4, są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii *o*-chloroanilidu acetylooctowego wytwórca obowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność parametrów produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Wolskie Zakłady Przemysłu Barwników ORGANIKA.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-67/6021-16

a) zmodyfikowano metodę oznaczania zawartości *o*-chloroanilidu acetylooctowego,

b) uaktualniono normy związane oraz uściślono postanowienia w zakresie pakowania, przechowywania, transportu i pobierania oraz przygotowywania próbek.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-81/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 — EUR

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-70/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie

BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie PN-74/6365-01 Folia opakowaniowa z polietylenu o małej gęstości

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 24/1963 poz. 123).

4. Symbol wg SWW — 1242-269.

5. Autor projektu normy — Maria Ostrowska.