

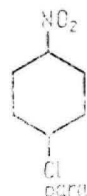
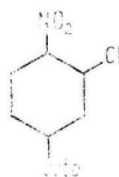
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	o- i p-Nitrochlorobenzen techniczny	6026-31
		Zamiast BN-65/6026-31
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest o- i p-nitrochlorobenzen otrzymany przez nitrowanie chlorobenzenu.

o- i p-Nitrochlorobenzeny mają:

a) wzór sumaryczny — $C_6H_4O_2N Cl$



b) wzór budowy —

c) masę cząsteczkową — 157,56 (1960 r.)

d) własności szkodliwe dla zdrowia; dopuszczalne stężenie par o- i p-nitrochlorobenzenu w powietrzu wynosi 0,001 mg/dm³.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. o- i p-Nitrochlorobenzeny stosowane są do produkcji barwników i innych syntez organicznych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział

2.1.1. Rodzaje. W zależności od sposobu wykończenia odróżnia się dwa rodzaje p-nitrochlorobenzenu: T — topiony i W — wirowany.

2.1.2. Gatunki. W zależności od temperatury krzepnięcia i zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki o-nitrochlorobenzenu i dwa gatunki p-nitrochlorobenzenu oznaczone cyframi rzymskimi I i II.

2.2. Przykład oznaczenia p-nitrochlorobenzenu — rodzaju T, gatunku I:

p-NITROCHLOROBEZEN T I BN-75/6026-31

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. o- i p-Nitrochlorobenzeny powinny być po skryształizowaniu produktami o barwie od jasnożółtej do żółtej.

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

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego
ORGANIKA dnia 29 listopada 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie
produkcji i obrotu od dnia 1 października 1976 r.
(Dz. Norm i Miar nr 5/1976 poz. 14)

Tablica 1

Cechy	Wymagania					
	o-nitro-chloro-benzen		p-nitrochlorobenzen			
			rodzaje			
	gatunki		T	W	T	W
			gatunki			
	I	II	I		II	
a) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż	31,5	30,0	81,4	81,0	80,0	80,0
b) Wody, %, nie więcej niż	0,2	2,0	0,5	5,0	2,0	5,0
c) Zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w benzenie, %, nie więcej niż	0,1	0,5	0,1	0,1	0,5	0,5
d) pH wyciągu wodnego ¹⁾ , nie niższe niż	—	—	6,5	—	—	—
e) Żelaza ¹⁾ , %, nie więcej niż	—	—	0,005	—	—	—
f) Dwunitrochlorobenzen	nieobecny wg 5.4.7					

¹⁾ pH wyciągu wodnego i zawartość żelaza podaje się na żądanie odbiorcy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. o-Nitrochlorobenzen i p-nitrochlorobenzen topiony należy pakować do bębnow ciężkich z dnami stałymi 2-1-5-2 — 200 dm³ wg BN-69/5046-01. p-Nitrochlorobenzen wirowany należy pakować do bębnow ciężkich z dnami zdejmowanymi 2-1-5-2-200 dm³ wg BN-69/5046-03. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać wg PN-67/C-79252, umieszczając na opakowaniu napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- numer partii i datę produkcji,
- 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 lub 1000×1100 wg PN-68/M-78216.

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przemieszczaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. *o*- i *p*-Nitrochlorobenzeny powinny być przechowywane w bębnach lub zbiornikach. Bębny należy przechowywać w pomieszczeniach magazynowych suchych i przewiewnych.

4.4. Transport. *o*- i *p*-Nitrochlorobenzeny w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić krytymi 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 komunikacji wewnętrznej.

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

Do transportu *o*- i *p*-nitrochlorobenzenu można używać cystern stalowych zaopatrzonych wewnątrz w węzownice grzejne. Wskazane jest umieszczenie napisu ostrzegawczego na poboczniczy cysterny.

Oznakowanie cystern powinno być zgodne z 4.1a)÷e). Informację tę powinny być umieszczone na tabliczce trwale przymocowanej do poboczniczy cysterny.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie temperatury krzepnięcia (3.2a),
- oznaczanie wody (3.2b),
- oznaczanie zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w benzenie (3.2c),
- oznaczanie pH wyciągu wodnego (3.2d),
- oznaczanie żelaza (3.2e),
- oznaczanie obecności dwunitrochlorobenzenu (3.2f).

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi najwyżej 20 t *o*- i *p*-nitrochlorobenzenu.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej — wg PN-67/C-04500.

Z przedstawionej do badań partii wylosować liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, jaką należy wybrać do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6÷15	6
16÷25	9
26÷63	12
64÷160	14
161÷250	15
powyżej 250	16

W przypadku cystern i bębnow próbki pierwotne należy pobrać próbnikiem nr 8 wg PN-74/C-60008 z całej warstwy stopionego produktu.

Próbki z produktu krystalicznego należy pobrać próbnikiem nr 15 wg PN-74/C-60008. Liczba pobieranych próbek pierwotnych z jednego opakowania powinna być taka, aby po sporządzeniu próbki ogólnej (i wymieszaniu jej) można było wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o masie 1000 g. Próbkę tę podzielić na dwie równe części.

Jedną przekazać do badań, a drugą przeznaczyć do analizy kontrolnej, przechowując ją w ciągu 3 miesięcy od daty wysłania produktu w warunkach zabezpieczających produkt przed zmianą własności fizycznych i chemicznych.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie temperatury krzepnięcia

5.4.2.1. Przygotowanie próbek. Odważyć około 40 g badanego produktu w parownicy porcelanowej. Parownicę z produktem umieścić na łaźni olejowej i suszyć w temperaturze 130°C w ciągu 30 min.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie temperatury krzepnięcia wykonać wg PN-75/C-04514.

5.4.3. Oznaczanie zawartości wody — wykonać wg PN-66/C-04523.

5.4.4. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w benzenie

5.4.4.1. Wykonanie oznaczania. Około 10 g badanego produktu odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 100 cm³ benzenu cz. przez wyklócenie w kolbie stożkowej pojemności 150 cm³ zaopatrzonej w powietrzną chłodnicę zwrotną, następnie ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 55–60°C. Nierozpuszczoną pozostałość w benzenie odsączyć na sączku ze szkła spiekane-go G3, uprzednio przemytym ciepłym benzenem i wysuszonym do stałej masy w temperaturze 100°C.

Pozostałość na sączku przemyć benzenem do momentu, aż przesącz będzie czysty. W tym celu odparować kilka kropel przesączu na szkiełku zegarkowym; szkiełko powinno pozostać czyste.

Przemytą pozostałość suszyć w temperaturze 100°C do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w benzenie (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

w którym:

m_1 — masa sączka z pozostałością, g,

m_2 — masa sączka, g,

m — odważka nitrochlorobenzenu, g.

5.4.4.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 5% wyniku większego.

5.4.5. Oznaczanie pH wyciągu wodnego

5.4.5.1. Przyrządy. Pehametr o zakresie od pH 0 do 14.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. Około 10 g badanego produktu odważyć z dokładnością do 0,1 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 100 cm³ i ogrzewać na łaźni wodnej do całkowitego stopnienia produktu. Do stopionej próbki dodać 50 cm³ świeżo przegotowanej wody destylowanej, wymieszać i ogrzać do temperatury 85÷90°C.

Następnie całą zawartość kolby ostudzić do temperatury pokojowej, przesączyć przez lejek sitowy. Otrzymany przesącz przenieść do naczynka pehametru i oznaczyć pH z dokładnością do 0,2 w temperaturze 20±2°C.

5.4.6. Oznaczanie żelaza

5.4.6.1. Przyrządy. Fotokolorymetr.

5.4.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Roztwór o stężeniu 0,01 mg Fe³⁺/cm³ przygotowany w sposób następujący: odważyć 8,6350 g Fe/NH₄(SO₄)₂·12H₂O cz.d.a. z dokładnością do 0,0001 g, przenieść do kolby pojemności 1 dm³ i rozpuścić w 500 cm³ wody zawierającej 25 cm³ 16-procentowego roztworu kwasu siarkowego cz., dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór o stężeniu 1 mg Fe³⁺/cm³).

Następnie odmierzyć 10 cm³ tak przygotowanego roztworu, przenieść ilościowo do kolby pojemności 1 dm³, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

5.4.6.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do kolb pomiarowych pojemności 25 cm³ odmierzyć kolejno następujące objętości roztworu przygotowanego wg 5.3.6.2 c): 1,0, 1,25, 2,5, 5,0, 7,5, 10,0 i 12,5 cm³.

Do każdej z nich dodać po 2 cm³ kwasu solnego, po 5 cm³ roztworu rodanku amonowego, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Roztwory umieścić w kuwetach o odpowiedniej grubości warstwy pochłaniającej, po czym zmierzyć absorbancję roztworów wzorcowych w odniesieniu do wody za pomocą fotokolorymetru przy długości fali około 480 nm. Z otrzymanych danych sporządzić krzywą wzorcową, odcinając na osi odciętych ilości żelaza w miligramach zawarte w roztworach wzorcowych, a na osi rzędnych — odpowiadające im absorbancje.

5.4.6.4. Wykonanie oznaczania. Do tygla porcelanowego odważyć około 5 g badanej próbki z dokładnością do 0,0002 g, umieścić nad palnikiem na siatce azbestowej i ogrzać do całkowitego odparowania.

Następnie tygiel przenieść do pieca i prażyć przez 2 godz w temperaturze 500°C. Do wyprażonego tygla wprowadzić 10 cm³ kwasu solnego i po rozpuszczeniu przenieść roztwór ilościowo do kolby pojemności 25 cm³, dodać 5 cm³ roztworu rodanku amonowego, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie zmierzyć absorbancję badanego roztworu w odniesieniu do wody w taki sam sposób, jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej. Z otrzymanych danych posługując się krzywą wzorcową odczytać zawartość żelaza w miligramach.

Zawartość żelaza (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{m}{m_1 \cdot 10} \cdot 100$$

w którym:

m — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg.

m_1 — odważka badanego produktu, g.

5.4.6.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń.

5.4.7. Oznaczanie obecności dwunitrochlorobenzenu

5.4.7.1. Zasada oznaczania. W obecności dwunitrochlorobenzenu jako zanieczyszczenia w produkcie, pod działaniem *o*-toluidyny następuje wydzielanie się chlorowodoru, w odróżnieniu od nitrochlorobenzenu, gdzie tego rodzaju rozkład w tych samych warunkach nie występuje. Powstały chlorowódor wiąże się z węglanem potasowym, który z azotanem srebra wytwarza zmętnienie, jako wskaźnik obecności dwunitrochloropochodnych.

5.4.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebrowy cz., roztwór 0,1 N.

b) Kwas azotowy cz. (1.4).

c) *c*-Toluidyna cz.

d) Węglan potasowy bezwodny cz.

5.4.7.3. Wykonanie oznaczania. Do około 10 g badanego produktu, odważonego z dokładnością do 0,002 g w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³, dodać 3 g sproszkowanego węgla potasowego i 7 g *o*-toluidyny.

Kolbę zamknąć korkiem zaopatrzonym w powietrzną chłodnicę zwrotną długości 30 cm i ogrzewać na łaźni olejowej w temperaturze 130°C w ciągu 2 godz. Po schłodzeniu zawartość kolby przelać i spłukać wodą do zlewki pojemności 500 cm³, dodać 50 cm³ kwasu azotowego, a po wymieszaniu odsączyć przemýwając osad wodą. Do przesączu dodać 50 cm³ roztworu azotanu srebrowego i ogrzać do wrzenia.

Jeżeli roztwór po zagotowaniu opalizuje bez wytrącania się osadu chlorku srebra, należy uznać, że w badanym produkcie dwunitrochlorobenzen jest nieobecny.

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

5.6. Ocena wyników badań. Partię *o*- i *p*-nitrochlorobenzenu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań podanych w 5.4 są zgodne z wymaganiami wg 3.1 i 3.2.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii 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 — Zakłady Chemiczne SARZYNA w Nowej Sarzynie.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6026-31

- wprowadzono oznaczenie zawartości żelaza w *p*-nitrochlorobenzenie to-pionym,
- wprowadzono oznaczenie pH wyciągu wodnego,
- zmieniono sposób pakowania,
- wprowadzono nowy środek transportu — cysterny stalowe.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-75/C-04514 Oznaczenie temperatury krzepnięcia substancji organicznych

PN-66/C-04523 Oznaczenie zawartości wody metodą destylacyjną

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

PN-67/C-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-68/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe drewniane czterowej-ściowe bez skrzydeł 800×1200

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

BN-69/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzanymi

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej Załącznik 10 (do art. 27, ust. 4 pkt 4 DKP). Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 24 poz. 123)

4. Autor projektu normy — Janina Zembroń — Zakłady Chemiczne SARZYNA.