

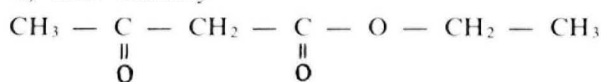
PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Acetylooctan etylu techniczny	6026-30
		Zamiast BN-76/6026-30
		Grupa katalogowa 1021

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest acetylooctan etylu techniczny, otrzymywany w wyniku kondensacji octanu etylu w obecności etanolanu sodowego.

Acetylooctan etylu ma:

- a) wzór sumaryczny — $C_6H_{10}O_3$
b) wzór budowy



- c) masę cząsteczkową — 130,140 (1972),
d) własności palne,
e) inne nazwy — ester acetylooctowy.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Acetylooctan etylu techniczny jest stosowany w przemyśle barwników pyrazolonowych oraz w przemyśle farmaceutycznym.

2. OZNACZENIE

ACETYLOOCTAN ETYLU TECHNICZNY BN-86/6026-30

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Acetylooctan etylu techniczny powinien być cieczą przezroczystą o charakterystycznym zapachu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	
a) Zawartość acetylooctanu etylu, $\%(m/m)$, nie mniej niż	98
b) Gęstość w temperaturze 20°C, g/ml	1,022 ÷ 1,028
c) Kwasowość w przeliczeniu na kwas octowy, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,1
d) Barwa w skali Hazena (skala platynowo-kobaltowa), °Pt-Co, nie więcej niż	40

3.3. Trwałość. Acetylooctan etylu techniczny opakowany i przechowywany zgodnie z rozdz. 4 powinien odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 w ciągu 12 miesięcy, licząc od daty wysłania produktu.

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Do celów transportowych acetylooctan etylu techniczny należy pakować do cystern aluminiowych (Al-1) lub kwasoodpornych samochodowych lub kolejowych zgodnie z Przepisami o przewozie materiałów niebezpiecznych¹⁾. Cysterny należy napępiać tylko do 93% ich pojemności.

Znakowanie cystern należy wykonać zgodnie z PN-85/O-79252 w sposób widoczny, umieszczając na każdej cysternie napis, zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
b) oznaczenie wg rozdz. 2,
c) masę brutto i netto,
d) znak niebezpieczeństwa dla materiałów łatwopalnych wg wzoru 2.A., lm. 3902 ADR i 1902 RID zgodny z Przepisami o przewozie materiałów niebezpiecznych¹⁾.

Dopuszcza się stosowanie innych opakowań po uzgodnieniu pomiędzy producentem, przewoźnikiem i odbiorcą, jeżeli zabezpieczają produkt w takim samym stopniu jak wyżej wymienione, są zgodne z Przepisami o przewozie materiałów niebezpiecznych i mają wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2. Przechowywanie. Acetylooctan etylu techniczny należy przechowywać w zbiornikach aluminiowych zamkniętych.

4.3. Transport. Acetylooctan etylu techniczny jako materiał niebezpieczny opakowany wg 4.1 należy przewozić zgodnie z Przepisami transportowymi o przewozie materiałów niebezpiecznych¹⁾.

Klasa niebezpieczeństwa:

- 3 l. m. 2301 p. 4 wg ADR,
— 3 l. m. 301 p. 4 wg RID,
— 3 l. m. 301 p. 4 wg PMN.
Załącznik 4 do SMGS tabl. 6.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 30 kwietnia 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 14/1986 poz. 27)

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości acetylooctanu etylu (3.2a),
- oznaczanie gęstości (3.2b),
- oznaczanie kwasowości w przeliczeniu na kwas octowy (3.2c),
- oznaczanie barwy w skali Hazena (3.2d).

5.2. Wielkość partii. Partię acetylooctanu etylu technicznego stanowi zawartość 1 cysterny.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać wg PN-67/C-04500. Próbkę należy pobierać z każdej cysterny lub ze zbiornika magazynowego z całej grubości warstwy próbnikiem nr 1 ÷ 7 wg PN-74/C-60008.

Dopuszcza się u producenta pobieranie próbek przed napełnieniem cysterny ze zbiornika magazynowego. Ilość pobieranych prób pierwotnych powinna być taka, żeby po sporządzeniu próbki ogólnej i wydzieleniu średniej próbki laboratoryjnej masa średniej próbki laboratoryjnej nie była mniejsza niż 500 g. Część średniej próbki laboratoryjnej, w ilości nie mniejszej niż 250 g, należy przechowywać w butelkach z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem przez okres 3 miesięcy, licząc od daty wysłania produktu.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wymagań ogólnych wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości acetylooctanu etylu

5.4.2.1. Zasada metody. Metoda polega na miareczkowaniu wydzielonego kwasu mineralnego z reakcji estru acetylooctowego z siarczanem lub chlorowodor-kiem hydroksyloaminy.

5.4.2.2. Odczynniki i roztwory

- Oranż metylowy, roztwór 0,1%(m/m) przygotowany wg PN-81/C-06501, p. 2.2.30.
- Siarczan lub chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a., roztwór 10%(m/m).
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1,0 mol/l.

5.4.2.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 2 g badanego acetylooctanu etylu z dokładnością do 0,0002 g w suchej kolbie stożkowej pojemności 100 ml, następnie dodać 25,0 ml roztworu siarczanu lub chlorowodoru hydroksyloaminy (5.4.2.2b), uprzednio przesączonego i zobojętnionego wobec oranżu metylowego, kolbę szczelnie zamknąć, wstrząsnąć i odstawić na pół godziny, wstrząsając co jakiś czas.

Przygotować próbkę porównawczą: 25,0 ml roztworu siarczanu lub chlorowodoru hydroksyloaminy (5.4.2.2b), zobojętnionego wobec oranżu metylowego.

Próbkę właściwą miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego (5.4.2.2c), do takiego zabarwienia, jakie ma próbka porównawcza.

Po osiągnięciu barwy przejściowej jeszcze raz silnie wstrząsnąć kolbę i w razie potrzeby domiareczkować.

Zawartość acetylooctanu etylu w %(m/m)(X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,13 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 13}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego 1,0000 mol/l zużytego do miareczkowania próby badanej, ml,

m — odważka badanego produktu, g,

0,13 — ilość acetylooctanu etylu odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego 1,0000 mol/l, g.

5.4.2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5%(m/m).

5.4.3. Oznaczanie gęstości wykonać wg PN-66/C-04004 p. 2.3, w temperaturze 20°C.

5.4.4. Oznaczanie kwasowości

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

- Czerwień obojętna wg PN-81/C-06501 p. 2.2.12.
- Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla przygotowana wg PN-81/C-06500 p. 2.2.7.2.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1000 mol/l.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 10 g badanego acetylooctanu etylu z dokładnością do 0,1 g w kolbie stożkowej pojemności 200 ml, dodać 50 ml wody destylowanej (5.4.4.1b), 2 krople roztworu czerwieni obojętnej (5.4.4.1a) i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego (5.4.4.1c), do chwili kiedy warstwa wodna roztworu miareczkowanego osiągnie barwę pomarańczową bez odcienia czerwonego.

Zawartość kwasów w przeliczeniu na kwas octowy (X₁) w %(m/m) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,006 \cdot 100}{m_1} = \frac{V_1 \cdot 0,6}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

V₁ — objętość roztworu wodorotlenku sodowego 0,1000 mol/l zużytego do miareczkowania próby badanej, ml,

m₁ — odważka badanego produktu, g,

0,006 — ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego 0,1000 mol/l, g.

5.4.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 10% wyniku mniejszego.

5.4.5. Oznaczanie barwy za pomocą skali Hazena (skala platynowo-kobaltowa) wykonać wg PN-81/C-04534.01.

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

5.6. Ocena wyników badań. Partię acetylooctanu etylu technicznego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań podane w 5.1 są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii wysłanego produktu wytwórca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie o wynikach badań, stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego ORGANIKA-ROKITA.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-76/6026-30

a) wprowadzono oznaczanie barwy w skali platynowo-kobaltowej (skali Hazena),

b) podniesiono dolną granicę zakresu gęstości z 1,020 do 1,022 g/ml.

3. Normy i dokumenty związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

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

PN-81/C-04534/01 Analiza chemiczna. Oznaczanie barwy produktów chemicznych za pomocą skali Hazena (skala platynowo-kobaltowa)

PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

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

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

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo Przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) obowiązujące od dnia 15 września 1968 r. (Dz. TiZK nr 20, poz. 84 z 1968 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik 4 do umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS). (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF). (Dz. TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz. U. nr 67 poz. 301 z 1983 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Normy zagraniczne

NRD TGL 9547 (1961) Organische Zwischenprodukte, Acetatessigester technisch

ZSRR ГОСТ 9799-79 Эфир ацетоуксусный. Технические условия

5. Symbol wg SWW — 1241-742.

6. Autor projektu normy — mgr Lidia Przygodzka, Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego ORGANIKA-ROKITA.