

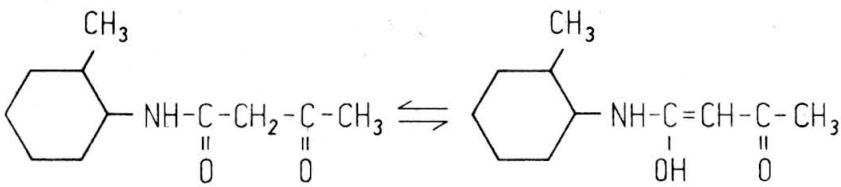
PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-83
	Półprodukty do barwników o-Toluidyd acetylooctowy	6021-21
		Zamiast BN-72/6021-21
		Grupa katalogowa 1022

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest o-toluidyd acetylooctowy otrzymywany przez kondensację o-toluidyny z estrem acetylooctowym w środowisku chlorobenzenu.

o-Toluidyd acetylooctowy ma:

- a) wzór sumaryczny C₁₁H₁₃O₂N
- b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 191 (rok 1957).

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. o-Toluidyd 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-toluidydu acetylooctowego:

- A — produkt przeznaczony do obrotu krajowego.
- B — produkt przeznaczony na eksport.

2.2. Przykład oznaczenia o-toluidydu acetylooctowego przeznaczonego do obrotu krajowego:

o-TOLUIDYD ACETYLOOCTOWY A BN-83/6021-21

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. o-Toluidyd acetylooctowy powinien być proszkiem barwy białej. Dopuszczalny jest lekki zapach estru acetylooctowego.

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

Tablica 1

Wymagania	A	B
a) Zawartość o-toluidydu acetylooctowego, %, nie mniej niż	98	99
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w 2-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego, %, nie więcej niż	0,5	0,3
c) Temperatura topnienia, w granicach, 0°C	102÷104	102÷104

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. o-Toluidyd 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 widoczny sposób zgodnie z PN-76/O-79252, umieszczając na każdym opakowaniu trwałe i czytelny napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) numer partii lub datę produkcji,
- d) masę brutto i netto,
- e) 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-Toluidyd acetylooctowy należy przechowywać w suchych pomieszczeniach w szczelnie zamkniętych opakowaniach wg 4.1. Czas przechowywania nieograniczony.

4.4. Transport. o-Toluidyd 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

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

5.2. Wielkość partii. Partię *o*-toluidydu 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 partii przedstawionej do badań należy wylosować liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

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

Z każdego wylosowanego opakowania pobrać z całej warstwy produktu próbnikiem nr 14 ÷ 16 wg PN-74/C-60008 taką liczbę próbek pierwotnych, aby po sporządzeniu próbki ogólnej (i wymieszaniu jej) można było wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o masie 150 g. Średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie części, z których jedną należy przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analiz rozjemczych w warunkach zabezpieczających produkt przed zmianą własności fizycznych i chemicznych, 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. Sprawdzenie wymagań ogólnych należy wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości *o*-toluidydu acetylooctowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz., roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.
- Kwas solny cz., (1,19).

c) Azotyn sodowy cz., roztwór mianowany o $c(\text{NaNO}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$.

d) Kwas octowy lodowaty cz.

e) Wskaźniki — papierki Czerwieni Kongo i jodskrobiowe.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 4,7 g *o*-toluidydu acetylooctowego z dokładnością do 0,0002 g i rozpuścić w 30 ml roztworu wodorotlenku sodowego wg 5.4.2.1a). Przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 ml i uzupełnić wodą do kreski. Następnie pobrać z kolby pomiarowej pipetą 25 ml roztworu, przenieść do zlewki o pojemności 500 ml, dodać 100 ml wody, 37,5 ml lodowatego kwasu octowego wg 5.4.2.1d) i 12,5 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). Miareczkowanie zakończyć, gdy roztwór miareczkowany będzie wyraźnie zabarwiał papierek jodskrobiowy na niebiesko, a zabarwienie papierka nie zniknie w ciągu 10 min, po dodaniu ostatniej kropli azotynu sodowego.

Podczas miareczkowania roztwór powinien mieć odczyn kwaśny.

Odczyn roztworu sprawdzić papierkiem Czerwieni Kongo, powinien zabarwić się na niebiesko, w razie potrzeby roztwór skorygować przez dodanie kilku kropli kwasu solnego.

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

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,01901 \cdot 100 \cdot 250}{m \cdot 25} \quad (1)$$

w którym:

- V — objętość roztworu azotynu sodowego o stężeniu $c(\text{NaNO}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania próbki badanej; ml,
 0,01901 — ilość *o*-toluidydu 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 między sobą o więcej niż 0,5%.

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 Żółci brylantowej.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g *o*-toluidydu acetylooctowego z dokładnością do 0,02 g, rozpuścić w 120 ml wodorotlenku sodowego wg 5.4.3.1a). Temperatura rozpuszczania $20 \pm 2^\circ\text{C}$. Po rozpuszczeniu *o*-toluidydu acetylooctowego roztwór przesączyć na lejeku analitycznym przez wysuszony do stałej masy w temperaturze $110 \pm 2^\circ\text{C}$, miękki sączek ilościowy. Osad na sączku przepłukać wodą o temperaturze pokojowej, do zaniku reakcji alkalicznej na papierek Żółci brylantowej.

towej. Sączek z osadem suszyć do stałej masy w temperaturze nie przekraczającej 110°C.

Zawartość części nierozpuszczalnych (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m_1 — masa sączka, g,

m_2 — masa sączka wraz z osadem, g,

m — masa odważki o-toluidydu acetylooctowego, g.

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

5.4.4. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać wg PN-81/C-04513, po uprzednim wysuszeniu próbki w suszarce w temperaturze 60 ÷ 70°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 p. 3.3.2.

5.6. Ocena wyników badań. Partię produktu 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 produktu wytwórca obowiązany jest wystawić i przedstawić odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność 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-72/6021-21. Uaktualniono normy związane oraz uściślono postanowienia dotyczące pakowania, przechowywania, transportu i pobierania oraz przygotowywania próbki.

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-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

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

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

BN-74/6365-01 Folia opakowaniowa z polietylenu o małej gęstości

Przypisy o ładowni 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 — 1242-852.

5. Autor projektu normy — Wojciech Gębarowski.