

|                        |                       |                          |
|------------------------|-----------------------|--------------------------|
| PRODUKTY<br>ORGANICZNE | NORMA BRANŻOWA        | BN-76<br>6026-19         |
|                        | Acetanilid techniczny | Zamiast<br>BN-70/6026-19 |
|                        |                       | Grupa katalogowa X 21    |

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest acetanilid otrzymywany przez acetylowanie aniliny za pomocą kwasu octowego. Acetanilid ma:

- wzór sumaryczny  $C_8H_9ON$ ,
- wzór budowy,



- masę cząsteczkową 135,17 (1970 r.).

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Acetanilid jest stosowany jako półprodukt do syntezy sulfonamidów i niektórych barwników.

## 2. OZNACZENIE

ACETANILID TECHNICZNY BN-76/6026-19

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wygląd zewnętrzny.** Acetanilid powinien mieć postać łusek o barwie od białej do jasnoszarej <sup>1)</sup>.

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

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe.

Tablica 1

| Wymagania                                                                                                           |      |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| a) Acetanilidu, %, nie więcej niż                                                                                   | 98   |
| b) Aniliny, %, nie więcej niż                                                                                       | 0,2  |
| c) Temperatura krystalizacji, °C, nie niższa niż                                                                    | 113  |
| d) Domieszki zesmolone <sup>1)</sup> współczynnik gęstości optycznej roztworu metanolowego wg 5.4.5, nie więcej niż | 0,28 |
| e) Kwasu octowego, %, nie więcej niż                                                                                | 0,8  |
| f) Wody, %, nie więcej niż                                                                                          | 0,2  |

<sup>1)</sup> Nie oznacza się dla produktu przeznaczonego dla przemysłu barwników.

**3.3. Trwałość.** Acetanilid pakowany wg 4.1 i przechowywany wg 4.2 powinien zachowywać wszystkie wymagania przez 24 miesiące od daty wyprodukowania.

## 4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Acetanilid techniczny należy pakować po 35 kg do worków papierowych czterowarstwowych otwartych, szytych o symbolu 1822-22/OS3+1AS, o wymiarach 1050×450×100 mm, po 50 kg do worków otwartych klejonych o symbolu 1822-21/OK3+1AS, o wymiarach 1200×700×240 mm wg PN-70/P-79005. Worki otwarte szyte i worki otwarte klejone należy zamknąć sposobem zawijania wg PN-68/O-79027.

Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-67/O-79252, umieszczając napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer partii,
- masę brutto i netto,

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA  
dnia 1 lipca 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu  
od dnia 1 czerwca 1977 r. (Dz. Norm. i Miar nr 21/1976 poz. 82)

- e) datę produkcji,  
f) 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 wg PN-75/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

**4.3. Przechowywanie.** Acetanilid należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1, w pomieszczeniach magazynowych krytych, suchych i przewiewnych.

**4.4. Transport.** Acetanilid należy przewozić w opakowaniu wg 4.1 krytymi środkami transportowymi. Przy przewozie koleją należy produkt ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając równocześnie przed przemieszczaniem się w czasie transportu, zgodnie z Przepisami kolejowymi o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. W transporcie samochodowym należy produkt ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie zawartości acetanilidu (3.2a),
- oznaczanie zawartości aniliny (3.2b),
- oznaczanie temperatury krystalizacji (3.2c),
- oznaczanie domieszek zesmolonych (3.2d),
- oznaczanie zawartości kwasu octowego (3.2e),
- oznaczanie zawartości wody (3.2f).

**5.2. Wielkość partii.** Partię acetanilidu stanowi najwyżej 10 t produktu.

**5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej** wykonać 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 wylosować do pobrania próbek |
|--------------------------|----------------------------------------------------------|
| do 5                     | wszystkie                                                |
| 6 ÷ 15                   | 6                                                        |
| 16 ÷ 25                  | 9                                                        |
| 26 ÷ 63                  | 12                                                       |
| 64 ÷ 160                 | 14                                                       |
| 161 ÷ 250                | 15                                                       |
| ponad 250                | 16                                                       |

Z każdego wylosowanego opakowania pobrać z całej warstwy produktu próbnikiem nr 14 wg PN-74/C-60008 taką ilość próbek pierwotnych, aby po sporządzeniu próbki ogólnej (i wymieszaniu jej) można było wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o masie 500 g. Średnią próbkę podzielić na dwie równe części. Jedną przekazać do badań, a drugą przeznaczyć do analiz rozjemczych, przechowując ją w ciągu 6 miesięcy 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 zawartości acetanilidu

##### 5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz. (1,18).
- Bromek potasowy cz., roztwór 10-procentowy.
- Azotyn sodowy cz., roztwór 0,1 N.
- Roztwór wzorcowy: 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego rozcieńczonego wodą do 200 cm<sup>3</sup> z dodatkiem 1 kropli 0,1 N azotynu sodowego.
- Papierki jodaskrobiowe wg PN-68/C-06500.

**5.4.2.2. Wykonanie oznaczania.** 0,65 g acetanilidu utartego w moździerzu odważyć z dokładnością do ±0,001 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać 200 cm<sup>3</sup> wody, 30 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i gotować pod chłodnicą zwrotną przez 3 godz. Zawartość kolby ochłodzić, przelać ilościowo do zlewki pojemności 500 cm<sup>3</sup>, następnie dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i 10 cm<sup>3</sup> roztworu bromku potasowego. Miareczkować azotynem sodowym w temperaturze 0÷5°C. Przez cały czas miareczkowania sprawdzać oznaczany roztwór na obecność kwasu azotowego, wytwarzającego się w reakcji, przez zwilżanie precikiem szklanym papierka jodaskrobiowego, którego zabarwienie powinno utrzymać się przez 5 min. Czulość używanych papierków jodaskrobiowych oraz odcień zabarwienia sprawdzić za pomocą roztworu wzorcowego wg 5.4.2.1d), nanosząc go na ten sam papierek wskaźnikowy. Zawartość acetanilidu ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,0135 \cdot V \cdot 100}{m} - (X_2 \cdot 1,451)$$

w którym:

- 0,0135 — ilość acetanilidu odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1 N roztworu azotynu sodowego, g,  
V — objętość 0,1 N roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,  
n — odważka badanego produktu, g,

$X_2$  — zawartość aniliny oznaczona wg 5.4.4, %

1,451 — współczynnik przeliczeniowy aniliny na acetanilid.

**5.4.2.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5%.

#### 5.4.3. Oznaczanie zawartości aniliny

##### 5.4.3.1. Odczynniki i roztwory — wg 5.4.2.1.

**5.4.3.2. Wykonanie oznaczania.** 10 g acetanilidu uprzednio utartego w moździerzu odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 150 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody, zakwasić 2 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, dodać następnie 2 cm<sup>3</sup> roztworu bromku potasowego. Zlewkę z zawartością umieścić w naczyniu z lodem i miareczkować ściśle 0,1 N roztworem azotynu sodowego w sposób podany w 5.4.2.2.

Zawartość aniliny ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{0,009312 \cdot V \cdot 100}{m} = \frac{0,9312 \cdot V}{m}$$

w którym:

0,009312 — ilość aniliny odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1 N roztworu azotynu sodowego, g,

$V$  — objętość ściśle 0,1 N roztworu azotynu sodowego użytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

$m$  — 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 0,01%.

**5.4.4. Oznaczanie temperatury krystalizacji.** W parownicy porcelanowej odważyć około 40 g badanego produktu. Parownicę z produktem umieścić na łaźni olejowej i suszyć w temperaturze około 130°C przez około 20 min. Temperaturę krystalizacji wysuszonej próbki oznaczyć wg PN-75/C-04514 na łaźni grzejnej wg 3.2c).

#### 5.4.5. Oznaczanie domieszek zesmolonych

##### 5.4.5.1. Przyrządy i odczynniki

a) Fotokolorymetr Pulfriche z filtrem S-66 lub Fotokolorymetr „Spekol” przy długości fali 660 nm.

b) Kuwety szklane o grubości śłoją pochłaniającego światło 10 mm.

c) Metonal cz. o zawartości wody do 0,5%.

**5.4.5.2. Przygotowanie roztworu próbki.** Odważyć sproszkowany acetanilid w ilości 5 g z dokładnością do  $\pm 0,02$  g, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i rozpuścić w 45 cm<sup>3</sup> metanolu o temperaturze pokojowej.

**5.4.5.3. Wykonanie oznaczania.** Napełnić jedną kuwetę roztworem przygotowanym wg 5.4.5.2, a drugą metanolem użytym jako rozpuszczalnik. Kolorymetrować stosując filtr S-66. Wielkość współczynnika gęstości optycznej roztworu badanego odczytać z bębna przyrządu.

**5.4.5.4. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch pomiarów nie różniących się między sobą więcej niż o 0,02.

#### 5.4.6. Oznaczanie zawartości kwasu octowego

##### 5.4.6.1. Odczynniki

a) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 0,1 N.

b) Fenoloftaleina, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

**5.4.6.2. Wykonanie oznaczania.** 10 g badanego produktu uprzednio utartego w moździerzu odważyć z dokładnością do  $\pm 0,01$  g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody w temperaturze 90÷95°C. Po ochłodzeniu do temperatury 20÷25°C dodać 2÷3 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do pojawienia się różowego zabarwienia.

Zawartość wolnego kwasu octowego ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{0,006005 \cdot V \cdot 100}{m} = \frac{0,6005 \cdot V}{m}$$

w którym:

0,006005 — ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

$V$  — objętość ściśle 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

$m$  — odważka badanego produktu, g.

**5.4.6.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,01%.

**5.4.7. Oznaczanie zawartości wody** wykonać wg PN-67/C-04656, biorąc do badania 3 g acetanilidu.

**5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb** dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów wg 3.2 — zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

**5.6. Ocena wyników badań.** Partię acetanilidu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań podanych w 5.1 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 z wymaganiami normy.

## 6. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Na okres 3 lat, tj. do czasu opracowania nowej technologii i związanej z nią przebudowy aparatu-

ry, ustala się dla acetanilidu technicznego będącego przedmiotem produkcji i obrotu barwę od szarej do żółto-brązowej.

K O N I E C

## INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne SARZYNA, Nowa Sarzyna.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6026-19

- a) obniżono zawartość wody z 0,3 na 0,2%,
- b) obniżono współczynnik gęstości optycznej domieszek zesmolonych z 0,32 do 0,28,
- c) wprowadzono oznaczanie temperatury krystalizacji zamiast oznaczania temperatury topnienia,
- d) wyeliminowano acetanilid w postaci proszku ze względów BHP (operacja mielenia),
- e) uaktualniono postanowienia dotyczące pakowania, przechowywania i transportu.

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-67/C-04656 Oznaczanie zawartości wody metodą K. Fischera
- PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i naftalometrii

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

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe, czterowejściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 — EUR

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

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

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

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 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, Nowa Sarzyna.