

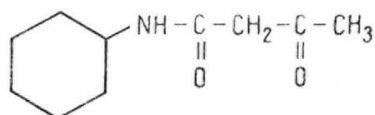
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-81 6026-13
	Półprodukty do barwników Anilid acetylooctowy	Zamiast BN-64/6026-13
		Grupa katalogowa 102221

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest anilid acetylooctowy otrzymany przez kondensację aniliny i estru etylowego kwasu acetylooctowego w środowisku chlorobenzenu.

Anilid acetylooctowy ma:

- wzór sumaryczny $C_{10}H_{11}O_2N$,
- wzór budowy,



c) masę cząsteczkową — 177,2 (1954),

d) inne nazwy — anilid kwasu acetylooctowego, acetoacetanilid, acetyloacetanilid.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Anilid acetylooctowy stosowany jest głównie jako komponent bierny do produkcji pigmentów azowych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. Rozróżnia się dwa rodzaje anilidu acetylooctowego:

- przeznaczony do obrotu krajowego,
- przeznaczony na eksport.

2.2. Przykład oznaczenia anilidu acetylooctowego przeznaczonego do obrotu krajowego.

ANILID ACETYLOOCTOWY A BN-81/6026-13

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Anilid acetylooctowy powinien być proszkiem barwy białej do kremowej, bez zapachu chlorobenzenu.

Dopuszcza się lekki zapach estru acetylooctowego.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne — wg tabl. 1

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Tablica 1

Wymagania	A	B
a) Anilidu acetylooctowego, %, co najmniej	99	99
b) Części nierozpuszczalnych w 2-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego, %, najwyżej	0,3	0,3
c) Temperatura początku topnienia, °C, co najmniej	82	83

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Anilid acetylooctowy należy pakować w bębny lekkie wg BN-76/5046-02 pojemności 100 dm³ wyłożone folią z polietylenu wg BN-80/6365-01, szczelnie zamknięte.

Znakowanie opakowań należy wykonać w widoczny sposób 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-75/M-78216. Ładunek na paletcie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Anilid acetylooctowy należy przechowywać w suchych pomieszczeniach, w szczelnie zamkniętych opakowaniach wg 4.1.

4.4. Transport. Anilid acetylooctowy opakowany wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu. Przy przewożeniu koleją produkt należy ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając równocześnie przed przemieszczeniem się w czasie transportu w sposób zgodny z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej¹⁾.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 28 grudnia 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1982 poz. 11)

W transporcie samochodowym opakowania należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep²⁾.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii. Partię anilidu acetylooctowego stanowi nie więcej niż 960 kg czyli 16 opakowań produktu.

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

Tablica 2

Liczba opakowań w partii sztuk	Liczba opakowań, jaką należy wybrać do pobrania próbek sztuk
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7

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

Ilość pobieranych 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 kontrolnej, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej przez dwa miesiące od daty wysłania produktu. Probki z partii przeznaczonych na eksport przechowywać przez 6 miesięcy.

Na każdym naczyniu zawierającym średnią próbkę laboratoryjną należy umieścić wyraźny napis zawierający:

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

5.3. Rodzaje badań

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

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wymagań ogólnych — wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości anilidu acetylooctowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 1N.
- Kwas solny cz., (1,19).
- Azotyn sodowy cz., roztwór 0,1N.
- Kwas octowy lodowaty cz.
- Papierki Czerwieni Kongo.
- Papierki jodaskrobiowe.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,5 g anilidu acetylooctowego z dokładnością do 0,0002 g i prze-

nieść ilościowo do zlewki pojemności 500 cm³. Dodać 3 cm³ wodorotlenku sodowego i 25 cm³ wody destylowanej. Zlewkę umieścić na mieszkadle magnetycznym i mieszać do rozpuszczenia zawartości. Do rozpuszczonej próbki dodać 100 cm³ wody destylowanej, 37,5 cm³ kwasu octowego lodowatego i 17,5 cm³ kwasu solnego. Tak przygotowany roztwór miareczkować w temperaturze 20 °C 0,1N roztworem azotynu sodu.

Miareczkowanie zakończyć, gdy roztwór miareczkowany będzie wyraźnie zabarwiał papierek jodaskrobiowy po upływie 10 min od chwili dodania ostatniej kropli azotynu sodu. Podczas miareczkowania roztwór powinien mieć odczyn kwaśny (sprawdzić papierkiem Czerwieni Kongo — zabarwia się na niebiesko).

Zawartość anilidu acetylooctowego (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,01772 \cdot 100}{G} = \frac{V \cdot 1,772}{0,5} = V \cdot 3,544 \quad (1)$$

w którym:

V — objętość azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,01772 — ilość anilidu acetylooctowego odpowiadająca 1 cm³ 0,1N roztworu azotynu sodowego, g,

G — odważka badanego produktu, g.

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

5.4.3. Oznaczanie części nierozpuszczalnych w 2-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 2-procentowy,
- Papierki Żółcień brylantowej.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. 5 g anilidu acetylooctowego odważonego z dokładnością do 0,02 g rozpuścić w 150 cm³ wodorotlenku sodowego. Temperatura rozpuszczania — około 20 °C. Po rozpuszczeniu anilidu acetylooctowego roztwór przesączyć na lejkę analitycznym przez wysuszony do stałej masy w temperaturze 60 °C i zważony miękki sączeek ilościowy.

Osad na sączku przepłukać wodą destylowaną o temperaturze pokojowej, do zaniku reakcji alkalicznej wobec papierka Żółcień brylantowej. Sączeek z osadem suszyć do stałej masy w temperaturze nie przekraczającej 60 °C.

Zawartość części nierozpuszczalnych (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{b - a}{G} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

a — masa sączka, g,

b — masa sączka z osadem, g,

G — odważka anilidu acetylooctowego, g.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,05 %.

5.4.4. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać wg PN-76/C-04513 po uprzednim wysuszeniu próbki w suszarce w temperaturze 60 ÷ 70 °C do stałej masy.

²⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

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 produktu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeśli wyniki

badań wg 5.3 są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii produktu wytwórca obowiązany jest wystawić i przesłać 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-64/6026-13

a) zmieniono metodę oznaczania zawartości anilidu 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-76/C-04513 Oznaczenie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych w kapilarze

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

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

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

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

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

BN-80/6365-01 Folia opakowaniowa z polietylenu o małej gęstości

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do DKP (Dz. T i ZK 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. Monitor Polski nr 24 (1963 poz. 123).

4. Symbol wg SWW — 1241-613.

5. Autor projektu normy — Maria Ostrowska — Wolskie Zakłady Przemysłu Barwników ORGANIKA, Wola Krzysztoporska.