

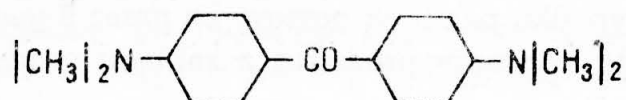
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	<b>BN-78</b>
	<b>Keton Michlera</b>	<b>6021-04</b>
		Zamiast BN-63/6021-04
		Grupa katalogowa X 22

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest Keton Michlera otrzymywany przez kondensację fosgenu z dwumetyloaniliną.

Keton Michlera ma:

- a) wzór sumaryczny  $C_{17}H_{20}N_2O$ ,
- b) wzór budowy



- c) masę cząsteczkową 268,362 (1966),
- d) nazwę systematyczną — czterometylo-p-p'-dwuaminobenzofenon.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Keton Michlera ma zastosowanie jako półprodukt w przemyśle barwników.

## 2. OZNACZENIE

KETON MICHLERA BN-78/6021-04

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wygląd zewnętrzny.** Keton Michlera powinien być proszkiem krystalicznym barwy niebieskiej lub niebieskiej z odcieniem zielonym.

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

**3.3. Trwałość.** Keton Michlera powinien odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 przy spełnieniu warunków podanych w 4.3, w praktycznie nieograniczonym czasie.

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Keton Michlera należy pakować do worków polietylenowych umieszczonych

Tablica 1

Wymagania	
a) Początek temperatury topnienia, °C, co najmniej	171,0
b) Różnica początku i końca temperatury topnienia, °C, nie więcej niż	3
c) Wody, %, nie więcej niż	0,2
d) Popiołu, %, nie więcej niż	0,3 <sup>1)</sup>
e) Części rozpuszczalnych w roztworze wodorotlenku sodowego, %, nie więcej niż	0,5
f) Części nierozpuszczalnych w kwasie solnym, %, nie więcej niż	0,2
g) Fioletu krystalicznego, %, nie więcej niż	0,1

<sup>1)</sup> Dla produktu przeznaczonego na eksport — nie więcej niż 0,2.

w bębnach metalowych lekkich typu 3-3 wg BN-76/5046-02 lub w bębnach ze sklejki wg BN-76/7162-02, pojemności 100 dm<sup>3</sup>.

Dopuszcza się inne opakowania o wymiarach wg PN-64/O-79021 i wytrzymałości jak podane poprzednio.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-76/O-79252, umieszczając na każdym napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg rozdz. 2,
- c) masę brutto i netto,
- d) numer partii,
- e) numer opakowania.

Opakowania eksportowe i ich znakowanie należy każdorazowo uzgodnić z odbiorcą.

**4.2. Formowanie jednostek ładunkowych.** W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach wg PN-75/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

**4.3. Przechowywanie.** Keton Michlera należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1, w pomieszczeniach krytych i suchych.

Opakowania należy ustawiać w pozycji stojącej

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA  
dnia 10 marca 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1979 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1978 poz. 51)

najwyżej w trzech warstwach, również w przypadku stosowania paletyzacji.

**4.4. Transport.** Keton Michlera należy przewozić w opakowaniach wg 4.1 krytymi środkami transportu. W transporcie kolejowym należy produkt ładować zgodnie z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej<sup>1)</sup>.

W transporcie samochodowym należy produkt ładować zgodnie z Instrukcją a ładowaniu i rozładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep<sup>1)</sup>.

Opakowania należy zabezpieczyć przed przemieszczaniem się w czasie transportu.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań — wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaje badań	Badania		Wymagania wg
	pełne	niepełne	
a) Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego	+	+	3.1
b) Oznaczanie początku temperatury topnienia	+	+	3.2a)
c) Określenie różnicy początku i końca temperatury topnienia	+	+	3.2b)
d) Oznaczanie zawartości wody	+	+	3.2c)
e) Oznaczanie popiołu	+	+	3.2d)
f) Oznaczanie zawartości części rozpuszczalnych w roztworze wodorotlenku sodowego	+	+	3.2e)
g) Oznaczanie zawartości części nierozpuszczalnych w kwasie solnym	+		3.2f)
h) Oznaczanie zawartości fioletu krystalicznego	+		3.2g)

Znak + oznacza obowiązek wykonania oznaczania.

Badania pełne należy wykonywać okresowo raz na kwartał w celu kontroli produkcji lub na żądanie odbiorcy zgłoszone przy zamówieniu.

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii Ketonu Michlera.

**5.2. Wielkość partii.** Partię Ketonu Michlera stanowi najwyżej 2500 kg produktu.

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

Z przedstawionej do badań partii Ketonu Michlera należy pobrać sposobem losowym opakowania w liczbie podanej w tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii sztuk	Liczba opakowań wylosowanych sztuk
do 15	5
16÷25	7
powyżej 26	8

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać z całej warstwy produktu próbnikiem 14÷16 wg PN-74/C-60008 taką liczbę próbek, aby po sporządzeniu próbki ogólnej (i wymieszaniu jej) można było wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o masie nie mniejszej niż 300 g. Średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie części.

Jedną przeznaczyć do badań, a drugą do analiz rozjemczych, przechowując ją w ciągu 2 miesięcy, w przypadku partii eksportowych przez 6 miesięcy, od daty wysłania produktu z zakładu produkcyjnego.

### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego** wykonać wizualnie.

**5.4.2. Oznaczanie temperatury topnienia — wg PN-76/C-04513.**

**5.4.3. Oznaczanie zawartości wody.** Odważyć 10 g badanego Ketonu Michlera w naczynku wagowym z dokładnością do 0,0002 g.

Grubość warstwy suszonego produktu nie może przekraczać 1 cm.

Próbkę suszyć w temperaturze 80°C do stałej masy, ostudzić i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość wody ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

$m$  — masa próbki przed suszeniem, g,

$m_1$  — masa próbki po suszeniu, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,03%.

**5.4.4. Oznaczanie popiołu.** W tyglu, uprzednio wyprażonym w temperaturze 600°C do stałej masy, odważyć około 1 g badanego Ketonu Michlera z dokładnością do 0,0002 g. Próbkę prażyć nad wolnym płomieniem do momentu, aż przestaną wydzielać się dymy i wówczas prażyć silnym utleniającym płomieniem do całkowitego wybielenia pozostałości. Następnie tygiel wstawić na 15 min do pieca muflowego w temperaturze 600°C, ostudzić w ekzykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Ilość popiołu ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- $m_1$  — masa tygla z produktem po prażeniu, g,
- $m_2$  — masy tygla, g,
- $m$  — masa odważki badanego produktu, g.

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

**5.4.5. Oznaczanie zawartości części rozpuszczalnych w roztworze wodorotlenku sodowego.** Około 2 g badanego Ketonu Michlera, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 150 cm<sup>3</sup> zużywając 40 cm<sup>3</sup> 2N roztworu wodorotlenku sodowego.

Zawiesinę po wymieszaniu utrzymywać we wrzeniu w ciągu 5 min, a następnie przesączyć przez tygiel Schotta G3, uprzednio przemyty 2N roztworem wodorotlenku sodowego i wodą do zaniku reakcji alkalicznej oraz wysuszony w temperaturze 120°C do stałej masy.

Osad na tyglu przemyć wodą do zaniku reakcji alkalicznej, a następnie suszyć w temperaturze 120°C do stałej masy.

Zawartość części rozpuszczalnych w roztworze wodorotlenku sodowego ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

- $m$  — masa odważki badanego Ketonu Michlera, g,
- $m_1$  — masa wysuszonego osadu, g.

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

**5.4.6. Oznaczanie zawartości części nierozpuszczalnych w kwasie solnym.** Odważyć około 10 g badanego Ketonu Michlera z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i rozpuścić w 15 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,18) cz.

Zawartość kolby uzupełnić wodą do kreski. Roztwór przesączyć na tyglu Schotta G3, a osad przemyć wodą do zaniku reakcji kwaśnej. Tygiel z osadem wysuszyć w temperaturze 120°C do stałej masy.

Zawartość części nierozpuszczalnych w kwasie solnym ( $X_4$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

- $m_1$  — masa wysuszonego osadu, g,
- $m$  — masa odważki badanego Ketonu Michlera, g.

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

#### 5.4.7. Oznaczanie zawartości fioletu krystalicznego

**5.4.7.1. Kalibrowanie kolorymetru.** Włączyć kolorymetr Pulfricha lub inny podobny i nastawić do pomiaru filtr żółty o przepuszczalności maksymalnej 570 nm, a oba bębny na 50% przepuszczalności.

Sprawdzić, czy w tym położeniu obie połówki pola widzenia okularu mają jednakową intensywność barwy. W przypadku gdy występuje różnica intensywności, kolorymetr wyregulować według wskazań prospektu Zeissa lub zgodnie z instrukcją.

**5.4.7.2. Wykonanie oznaczania.** Odważyć w naczynku wagowym 0,25 g badanego Ketonu Michlera z dokładnością do 0,0002 g.

Odważkę przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> alkoholem etylowym rektyfikowanym 95-procentowym, którym po rozpuszczeniu naważki uzupełnić pojemność kolby do kreski. Następnie jedną z kuwet napełnić roztworem badanym, drugą alkoholem etylowym, przy czym grubość kuwet należy tak dobrać, aby pomiar absorpcji mieścił się w granicach 0,2 ÷ 1,4. Obie kuwety ustawić na podstawie kolorymetru Pulfricha. Bęben po stronie roztworu badanego ustawić na 100% przepuszczalności, natomiast po stronie alkoholu etylowego obracać do wyrównania natężeń obu połówek.

Pomiar wykonać czterokrotnie, przesuwając bęben raz od strony większych intensywności, drugi raz od mniejszych i odczytać położenie bębna na skali czerwonej. Następnie przestawić kuwety i powtórzyć pomiar.

Przy wykonaniu oznaczania na innym kolorymetrze niż opisany pomiar wykonać zgodnie z instrukcją.

Zawartość fioletu krystalicznego ( $X_5$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{E + 0,032 \cdot 1}{2,144 \cdot G \cdot 1} \quad (5)$$

w którym:

- $E$  — średnia wartość odczytu absorpcji roztworu badanego,
- $G$  — stężenie roztworu Ketonu Michlera,
- 1 — grubość kuwety, cm,
- 0,032 — wartość empiryczna uzyskana dla stężeniu fioletu równa zeru,

2,144 — wartość tangensa kąta nachylenia prostej obrazującej zależność  $E(C)$  podzielona przez 100.

**5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie wyników.** Przy obliczaniu wyników stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 metoda Z.

**5.6. Ocena wyników badań.** Keton Michlera na-

leży uznać za zgodny z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.4 są zgodne z wymaganiami normy wg 3.1 i 3.2.

**5.7. Zaświadczenie o wynikach badań.** Dla każdej partii Ketonu Michlera producent jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

KONIEC

### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ZACHEM w Bydgoszczy.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6021-04**

a) sprecyzowano zakres temperatury topnienia ze  $171^{\circ}\text{C}$  na  $171,0^{\circ}\text{C}$ ,

b) obniżono zawartość części nierozpuszczalnych w kwasie solnym z 0,3% na 0,2%,

c) obniżono zawartość fioletu krystalicznego z 0,20% na 0,1%,

d) przyjęto dla produktu przeznaczonego na eksport zawartość wody na tym samym poziomie jak dla produktu krajowego, tj. 0,2%,

e) uzupełniono oznaczanie zawartości wody o klauzulę, aby grubość warstwy suszonego produktu nie była większa niż 1 cm,

f) wprowadzono badania pełne i niepełne,

g) uściślono i uaktualniono warunki pakowania, przechowywania i transportu.

**3. Normy i dokumenty związane**

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

PN-76/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych w kapilarze

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

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowojściowe bez skrzydeł drewniane  $800 \times 1200$  — EUR

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

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

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

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

BN-76/7162-02 Opakowania transportowe drewniane. Bębny ze sklejki

Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 4 p. 4 DKP (Dz. TiZK z 1968 r. nr 4, poz. 10) wraz z późniejszymi zmianami

Instrukcja o ładowaniu i rozładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 24 poz. 123 z 1963 r.)

**4. Symbol wg SWW** — 1242-154.

**5. Autorzy projektu normy** — inż. Adam Świętaszczyk, mgr inż. Ewa Radzińska — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ZACHEM w Bydgoszczy.