

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-67
	Półprodukty do barwników o-Chloroanilid acetylooctowy	6021-16
		Grupa katalogowa X 21

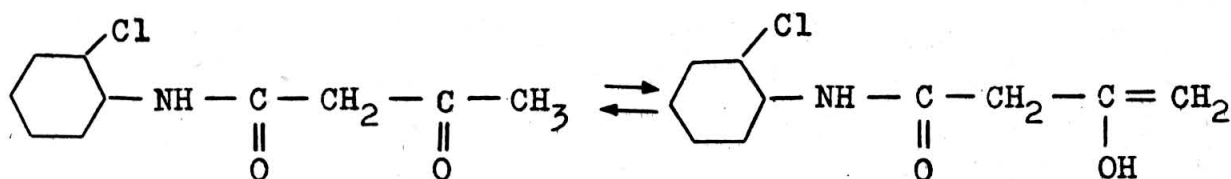
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest o-chloroanilid acetylooctowy otrzymywany przez kondensację o-chloroaniliny z estrem etylowym kwasu acetylooctowego w środowisku chlorobenzenu.

o-Chloroanilid acetylooctowy ma:

a) wzór sumaryczny - $C_{10}H_{10}O_2NCl$

b) wzór budowy



c) ciężar cząsteczkowy - 211,65 (1966 r.).

1.2. Zastosowanie. o-Chloroanilid acetylooctowy stosuje się do produkcji pigmentów oraz barwników azowych.

1.3. Normy związane

PN/C-04506 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów sypkich

PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne

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

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

2. OZNACZENIE

o-CHLOROANILID ACETYLOOCTOWY BN-67/6021-16

3. WYMAGANIA

3.1. Wymaganie ogólne. o-Chloroanilid acetylooctowy powinien być proszkiem barwy białej lub kremowej bez zapachu chlorobenzenu. Dopuszczalny jest lekki zapach estru acetylooctowego.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg” dnia 12 września 1967 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1968 r.

(Mon. Pol. nr 71/1967 poz. 349)

3.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	
a) o-Chloroanilidu acetylooctowego, %, co najmniej	99
b) Substancji nierozpuszczalnych w 2-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego, %, co najmniej	0,3
c) Temperatura topnienia, °C:	
początek, nie niżej niż	103 ¹⁾
koniec, nie wyżej niż	105
1) Dla produktu przeznaczonego na eksport - co najmniej 104.	

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. o-Chloroanilid acetylooctowy należy pakować w szczelne beczki ze sklejki lub fornirowe, pojemności od 100 do 200 l, wyłożone papierem pakowym.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis, zawierający co najmniej:

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

Pakowanie i znakowanie o-chloroanilidu acetylooctowego przeznaczonego na eksport należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

4.2. Przechowywanie i transport. o-Chloroanilid acetylooctowy przechowywać w suchych i przewiewnych pomieszczeniach. Przewozić krytymi środkami transportu.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii. Partię stanowi nie więcej niż 750 kg produktu.

5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać wg PN/C-04506 i PN/C-04507. Z partii produktu należy wybrać losowo do pobrania próbek następujące liczby opakowań.

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 4	wszystkie
5÷15	5
16÷25	7
26÷63	8

Próbki należy pobierać zgłębnikiem 5 lub 6 wg PN/C-60010. Średnią próbkę laboratoryjną w ilości około 150 g podzielić na dwie części, z których jedną przeznaczyć na wykonanie analiz, a drugą przechowywać przez 3 miesiące od daty wysłania produktu z zakładu do ewentualnej analizy rozjemczej.

Próbki z partii przeznaczonych na eksport przechowywać w ciągu 6 miesięcy.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości o-chloroanilidu acetylooctowego

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy, roztwór 1n.
- b) Kwas solny cz. (1,19).
- c) Azotyn sodowy cz., roztwór 0,1n.
- d) Kwas octowy lodowaty cz.
- e) Papierek jodoskrobiowy i papierek czerwieni Kongo.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 10,582 g o-chloroanilidu acetylooctowego z dokładnością do 0,002 g i rozpuścić w 60 ml 1n roztworu wodorotlenku sodowego. Przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 ml i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Następnie pobrać z kolby pipetą 25 ml roztworu, przenieść do zlewki pojemności 500 ml, dodać 100 ml wody destylowanej, 75 ml kwasu octowego lodowatego i 25 ml kwasu solnego (1,19). Tak przygotowany roztwór miareczkować w temperaturze $20 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 0,1n roztworem azotynu sodowego.

Przez cały czas miareczkowania sprawdzać środowisko reakcji za pomocą papierka czerwieni Kongo. Kropla badanego roztworu powinna dać na papierku niebieskie zabarwienie.

Obecność kwasu azotawego sprawdzać za pomocą papierka jodoskrobiowego. Koniec reakcji poznaje się po trwałym zabarwieniu papierka, nie znikającym w ciągu 10 min od dodania ostatniej kropli azotynu sodowego.

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

$$X_1 = \frac{V \cdot n \cdot 211,65 \cdot 100 \cdot 250}{m \cdot 1000 \cdot 25} = \frac{V \cdot n \cdot 211,65}{10,582} = 20 \cdot V \cdot n$$

w którym:

- n - normalność azotynu sodowego,
- V - objętość roztworu azotynu sodowego zużytego do oznaczania, ml,
- m - odważka badanego produktu, g.

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

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w 2-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 2-procentowy.
- b) Papierek Żółcieni brylantowej.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g o-chloroanilidu acetylooctowego z dokładnością do 0,02 g i rozpuścić w 120 ml 2-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego w temperaturze 20°C . Po rozpuszczeniu o-chloroanilidu acetylooctowego roztwór przesączyć na lejku analitycznym przez wysuszony do stałej masy w temperaturze 110°C ilościowy miękki sącdek. Osad na sączku przepłukać wodą destylowaną do zaniku reakcji alkalicznej na papierku Żółcieni brylantowej. Sącdek z osadem suszyć do stałej masy w temperaturze 110°C . Zawartość substancji nierozpuszczalnych (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m_1 - masa sączka, g,

m_2 - masa sączka z osadem, g,

m - odważka o-chloroanilidu acetylooctowego, g.

5.3.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,05% wartości bezwzględnej.

5.3.3. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać wg PN/C-04513, po uprzednim wysuszeniu próbki w suszarce w temperaturze $60 \div 70^\circ\text{C}$ do stałej masy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-67/6021-16

Niniejsza norma zastępuje ZN-59/MPCh/04/3505.