

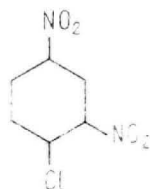
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Dwinitrochlorobenzen techniczny	6021-10
		Zamiast BN-65/6021-10
Grupa katalogowa X 21		

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest dwunitrochlorobenzen techniczny (1,3-dwunitro-4-chlorobenzen) otrzymywany przez nitrowanie chlorobenzenu. Dwunitrochlorobenzen jest środkiem szkodliwym dla zdrowia.

Dwunitrochlorobenzen ma:

- wzór sumaryczny $C_6H_3N_2O_4Cl$
- wzór budowy



- masę cząsteczkową 202,56 (1960 r.).

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Dwunitrochlorobenzen techniczny stosowany jest do wyrobu barwników siarkowych i półproduktów do barwników.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od temperatury zkrępnienia rozróżnia się dwa gatunki dwunitrochlorobenzenu technicznego oznaczone cyframi rzymskimi I i II.

2.2. Przykład oznaczenia dwunitrochlorobenzenu technicznego gatunku I:

DWUNITROCHLOROBEZENZEN I BN-76/6021-10

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Dwunitrochlorobenzen techniczny powinien być produktem krystalicznym o barwie żółtej.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Temperatura krystalizacji, °C, nie niższa niż	48	45,8
b) Dwunitrochlorobenzenu, %/o, nie mniej niż	97,3	97,0
c) Wody, %/o, nie więcej niż	0,8 ¹⁾	1,0 ¹⁾
d) Zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w benzynie, %/o, nie więcej niż	0,02	0,02
e) Odczyn wyciągu wodnego	obojętny na papierku Kongo	

¹⁾ Dla produktu przeznaczonego na eksport zawartość wody — nie więcej niż 0,5%.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Dwunitrochlorobenzen techniczny w stanie roztopionym należy pakować do bębnow ciężkich z obręczami wytłaczanymi, z dnami zdejmowanymi, z otworem do napełniania umieszczonym w poboczniczy zamykanym korkiem gwintowanym, ocynkowanym, pojemności 200 dm³ wg BN-69/5046-01.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-67/O-79252, umieszczając na opakowaniu napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- nr partii,
- datę produkcji,
- napis ostrzegawczy: Ostrożnie — środek szkodliwy. Napis powinien być wykonany czerwonymi

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 13 września 1976 r.

jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 25/1976 poz. 106)

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-68/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniami się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Dwunitrochlorobenzen techniczny powinien być przechowywany w bębnach lub zbiornikach. Bębny należy przechowywać w pomieszczeniach suchych i przewiewnych.

4.4. Transport. Dwunitrochlorobenzen techniczny w opakowaniach wg 4.1 może być przewożony dowolnymi krytymi środkami transportu.

Przy przewozie koleją produkt należy ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając równocześnie przed przemieszczaniem się w czasie transportu, zgodnie z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej¹⁾.

W transporcie samochodowym produkt należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep¹⁾.

Do transportu dwunitrochlorobenzenu można używać cystern stalowych zaopatrzonych wewnątrz w węzownice grzejne.

Oznakowanie cystern powinno zawierać informacje podane w 4.1 a)÷f) i być umieszczone na tabliczce trwale przymocowanej do autocysterny.

Wskazane jest umieszczanie napisu ostrzegawczego na poboczniczy cysterny.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie temperatury krystalizacji (3.2a),
- oznaczanie zawartości dwunitrochlorobenzenu (3.2b),
- oznaczanie zawartości wody (3.2c),
- oznaczanie zawartości zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w benzenie (3.2d),
- oznaczanie odczynu wyciągu wodnego (3.2e).

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi najwyżej 45 ton produktu uzyskanego przy użyciu jednakowych surowców i w tych samych warunkach technologicznych.

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

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań, którą należy wylosować do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15

W przypadku cystern próbki pierwotne należy pobierać z każdej cysterny. Z każdego wylosowanego bębna 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 1000 g. Próbkę tę 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 organoleptycznie.

5.4.2. 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 30 min. Temperaturę krystalizacji wysuszonej próbki oznaczyć wg PN-75/C-04514.

5.4.3. Oznaczanie zawartości dwunitrochlorobenzenu

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy 96% rektyfikowany.
- Azotan srebrowy cz., roztwór 0,1 N.
- Kwas azotowy cz. (1,4).
- Nitrobenzen cz.
- Rodanek amonowy cz., roztwór 0,1 N.
- Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 10-procentowy.
- Wskaźnik: nasycony roztwór alunu żelazowo-amonowego cz.d.a. w 20-procentowym kwasie azotowym czystym.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 0,3 g badanego produktu z dokładnością do 0,0002 g. Odważkę przenieść do kolby kulistej ze szlifem pojemności 250 cm³, dodać 20 cm³ alkoholu etylowego, 10 cm³ 10-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej do całkowitego zmydlenia produktu. Następnie zawartość kolby ostudzić,

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

dodać 100 cm³ wody, 10 cm³ nitrobenzenu, 5 cm³ kwasu azotowego (1,4), 5 cm³ wskaźnika i 20 cm³ 0,1 N azotanu srebrowego. Nadmiar azotanu srebrowego odmiareczkować 0,1 N rodankiem amonowym do uzyskania trwałego czerwono-brązowego zabarwienia.

Zawartość dwunitrochlorobenzenu (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,02026 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V_1 — objętość 0,1 N roztworu azotanu srebrowego, cm³,

V_2 — objętość 0,1 N roztworu rodanku amonowego zużytego na zmiareczkowanie nadmiaru azotanu srebrowego, cm³,

m — odważka badanego produktu, g,

0,02026 — ilość dwunitrochlorobenzenu odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 N roztworu azotanu srebrowego, g.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1% wyniku większego.

5.4.4. Oznaczanie zawartości wody — wg PN-66/C-04523.

5.4.5. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w benzenie

5.4.5.1. Wykonanie oznaczania. Około 10 g badanego produktu, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 cm³ benzenu cz. przez mieszanie w kolbie stożkowej pojemności 150 cm³ zaopatrzonej w powietrzną chłodnicę zwrotną, następnie ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 55÷60°C. Pozostałość nierozpuszczoną w benzenie odsączyć przez tygiel Schotta G3, uprzednio przemytym ciepłym benzenem i wysuszonym do stałej masy w temperaturze 100°C. Pozostałość na tyglu przemywać ciepłym benzenem tak długo, aż

kilka kropli przesącza umieszczonych na szkiełku zegarkowym, po odparowaniu nie pozostawi śladu.

Tygiel z pozostałością suszyć w suszarce w temperaturze 100 °C do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w benzenie (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m_1 — masa tygla z pozostałością, g,

m_2 — masa tygla, g,

m — odważka dwunitrochlorobenzenu, g.

5.4.5.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1% wyniku większego.

5.4.6. Oznaczanie odczynu wyciągu wodnego. Około 10 g badanego produktu odważyć z dokładnością do 0,1 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 100 cm³ i ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 50÷60°C do całkowitego stopienia produktu. Do stopionej próbki dodać 50 cm³ świeżo przegotowanej wody, wymieszać, ogrzać do temperatury 85÷90°C i sprawdzić odczyn wyciągu wodnego papierkiem Kongo. Barwa papierka Kongo powinna być różowa.

5.5. Zaokrąglenie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów wg 3.2 należy wykonać zgodnie z PN-70/N-02120 metodą Z.

5.6. Ocena wyników badań. Partię dwunitrochlorobenzenu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy jeżeli wyniki badań wymienionych w 5.1 są zgodne z wymaganiami podanymi w 3.1 i 3.2.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej wysyłki produktu wytwórca jest zobowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne SARZYNA w Nowej Sarzynie.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6021-10

a) zmieniono sposób pakowania, przechowywania i transportu,

b) wprowadzono Zaokrąglenie wyników badań.

c) wprowadzono Zaświadczenie o wynikach badań

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-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

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

PN-68/M-78216 Palety ładunkowe piaskie jednopłytowe drewniane czterowieściowe bez skrzydeł 800×1200

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

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

BN-69/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej (Załącznik nr 13, ark. 27, ust. 4, p. 4 DKP).

Instrukcja o ładowaniu i wyładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. Mon. Pol. nr 63, poz. 123.

4. Autor projektu normy — Janina Zembroń Zakłady Chemiczne SARZYNA w Nowej Sarzynie.

Errata do BN-76/6021-10

Na str. 1, w tabl. 1, poz. d) powinno być:
Zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w benzenie