

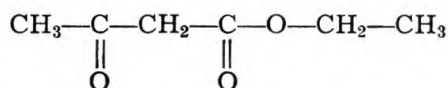
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Acetylooctan etylu techniczny	6026-30
		Zamiast BN-66/6026-30
		Grupa katalogowa X 21

1 WSTĘP

1.1 Przedmiot normy Przedmiotem normy jest acetylooctan etylu techniczny otrzymywany w wyniku kondensacji octanu etylu w obecności etanolanu sodowego

Acetylooctan etylu ma

- a) wzor sumaryczny — $C_6H_{10}O_3$,
- b) wzor budowy



- c) masę cząsteczkową — 130, 140 (1962 r),
- d) własności palne,
- e) inne nazwy — ester acetylooctowy

1.2 Zakres stosowania przedmiotu normy Acetylooctan etylu techniczny stosowany jest w przemyśle farmaceutycznym oraz w przemyśle barwników pyrazolonowych

2. OZNACZENIE

ACETYLOOCTAN ETYLU TECHNICZNY BN-76/6026-30

3 WYMAGANIA

3.1 Wymagania ogólne Acetylooctan etylu techniczny powinien być cieczą przezroczystą o charakterystycznym zapachu, całkowicie rozpuszczalną w alkoholu etylowym, eterze etylowym i octanie etylu

3.2 Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy

Wymagania	
a) Zawartość acetylooctanu etylu, %, nie mniej niż	98
b) Gęstość w temperaturze 20°C, g/cm ³	1,020—1,028
c) Kwasowość w przeliczeniu na kwas octowy %, nie więcej niż	0,1
d) Barwa	nie ciemniejsza od wzorca przygotowanego wg 5 4 5

4 PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1 Pakowanie Do celów transportowych acetylooctan etylu techniczny należy pakować do cystern aluminiowych (Al-1) bądź kwasoodpornych samochodowych lub kolejowych. Cysterny należy napełniać tylko do 93% ich pojemności w temperaturze 15°C. Znakowanie cystern należy wykonać zgodnie z PN-67/O-79252 w sposób widoczny, umieszczając na każdej cysternie napis zawierający co najmniej

- a) nazwę lub znak wytworni,
- b) oznaczenie wg 2,
- c) masę brutto i netto,
- d) znak niebezpieczeństwa dla materiałów łatwo palnych wg PN-67/O-79252 p 2 3 3

Informacje te powinny być umieszczone na tabliczce trwale przymocowanej do cysterny pod siatką

4.2 Przechowywanie Acetylooctan etylu techniczny należy przechowywać w zbiornikach aluminiowych zamkniętych. Dopuszczalny okres magazynowania — 1 rok od daty wysyłki produktu

4.3 Transport Acetylooctan etylu techniczny transportuje się w cysternach aluminiowych (Al-1)

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)

bądź kwasoodpornych samochodowych lub kolejowych zgodnie z przepisami dla materiałów łatwo palnych kl IIIa ¹⁾

5 BADANIA

5.1 Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości acetylooctanu etylu (3.2a),
- oznaczanie gęstości (3.2b),
- oznaczanie kwasowości w przeliczeniu na kwas octowy (3.2c),
- oznaczanie barwy (3.2d)

5.2 Wielkość partii Partię acetylooctanu etylu technicznego stanowi zawartość 1 cysterny

5.3 Pobieranie próbek Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady podane w PN-67/C-04500. Probki należy pobierać z każdej cysterny lub ze zbiornika magazynowego z całej grubości warstwy probnikiem nr 1—7 wg PN-74/C-60008

Dopuszcza się u producenta pobieranie próbek przed napełnieniem cystern ze zbiornika magazynowego. Ilość pobieranych prob pierwotnych powinna być taka, żeby po sporządzeniu próbki ogólnej i wydzieleniu średniej próbki laboratoryjnej masa średniej próbki laboratoryjnej nie była mniejsza niż 500 g. Probkę podzielić na dwie części, z których jedną przeznaczyć do analizy rozjemczej. Przechowywać ją w butelkach z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem przez okres 3 miesięcy od daty wysłania produktu

5.4 Opis badań

5.4.1 Sprawdzenie wymagań ogólnych Wykonać wizualnie

5.4.2 Oznaczanie zawartości acetylooctanu etylu

5.4.2.1 Zasada metody Metoda polega na odmiareczkowaniu wydzielanego kwasu mineralnego z reakcji estru acetylooctowego siarczanem lub chlorowodorkiem hydroksylaminy

5.4.2.2 Odczynniki i roztwory

- Oranz metylowy, roztwór wodny 0,1-procentowy
- Siarczan lub chlorowodorek hydroksylaminy cz d a , roztwór 10-procentowy
- Wodorotlenek sodowy cz d a , roztwór 1 N

5.4.2.3 Wykonanie oznaczania Około 2 g badanego acetylooctanu etylu odważyć z dokładnością do 0,0002 g w suchej kolbie stożkowej pojemności 100 cm³, następnie dodać 25,0 cm³ roztworu siarczanu lub chlorowodorku hydroksylaminy, uprzednio przesączonego i zubożonego wobec oranżu metylowego. Kolbę szczelnie zamknąć, wstrząsnąć i odstawić na pół godziny, wstrząsając co jakiś czas

Przygotować próbkę porównawczą 25,0 cm³ roztworu siarczanu lub chlorowodorku hydroksylaminy zubożonego wobec oranżu metylowego

Probkę właściwą miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do takiego zabarwienia, jakie ma próbka porównawcza

Po osiągnięciu barwy przejściowej jeszcze raz silnie wstrząsnąć kolbę i w razie potrzeby domiareczkować

Zawartość acetylooctanu etylu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,13 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 13}{m} \quad (1)$$

w którym

V — objętość ściśle 1 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,13 — ilość acetylooctanu etylu odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1 N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

m — odważka produktu, g

5.4.2.4 Wynik Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,5%

5.4.3 Oznaczanie gęstości Wykonać wg PN-66/C-04004 p 2.3, w temperaturze 20°C

5.4.4 Oznaczanie kwasowości

5.4.4.1 Odczynniki i roztwory

- Czerwień obojętna roztwór 0,2-procentowy w 70-procentowym alkoholu etylowym
- Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla przygotowana wg PN-68/C-06500 p 2.2.3.7
- Wodorotlenek sodowy cz d a , roztwór 0,1 N

5.4.4.2 Wykonanie oznaczania Odważyć około 10 g badanego acetylooctanu etylu z dokładnością do 0,1 g w kolbie stożkowej pojemności 200 cm³, dodać 50 cm³ wody destylowanej, 2 krople roztworu czerwieni obojętnej i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do chwili kiedy warstwa wodna roztworu miareczkowanego osiągnie barwę pomarańczową bez odcienia czerwonego

Zawartość kwasów w przeliczeniu na kwas octowy (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,006 \cdot 100}{m_1} = \frac{V_1 \cdot 0,6}{m_1} \quad (2)$$

w którym

V₁ — objętość ściśle 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego użytego do miareczkowania, cm³,

0,006 — ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

m₁ — odważka produktu, g

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe

5 4 4 3 Wynik Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 10% wyniku mniejszego

5 4 5 Oznaczanie barwy

5 4 5 1 Przygotowanie roztworu wzorcowego

Odwagać 0,8 g dwuchromianu potasowego z dokładnością do 0,0002 g i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Zawartość kolby uzupełnić wodą do kreski 10 cm³ tak przygotowanego roztworu przenieść pipetą do kolby pomiarowej pojemności 1 dcm³ i uzupełnić wodą do kreski

5 4 5 2 Wykonanie oznaczania Przygotować dwie jednakowe probówki z jednakowego szkła do jednej naląć około 10 cm³ badanego acetylooctanu etylu, do drugiej taką samą ilość roztworu wzor-

cowego przygotowanego wg 5 4 5 1 i porównać zabarwienie roztworów w obu probówkach. Barwa acetylooctanu etylu nie powinna być ciemniejsza od barwy wzorca

5 5 Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów wg 3 2 — zgodnie z PN-70/N-02120 metoda Z

5 6 Ocena wyników badań Partię acetylooctanu etylu technicznego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań podane w 5 1 są zgodne z wymaganiami wg rozdz 3

5 7 Zaświadczenie o wynikach badań Dla każdej partii wysłanego produktu wytworca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie o wynikach badań, stwierdzające zgodność z wymaganiami normy

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę — Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego ROKITA

2 Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6026-30

a) uaktualniono sposób i warunki pakowania, przechowywania i transportu acetylooctanu etylu technicznego,

b) wprowadzono punkty dotyczące zaokrąglania i zapisywania liczb, oceny wyników badań oraz przekazywania zaświadczeń o wynikach badań

3 Normy i dokumenty związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

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

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

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

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

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r (Dz T i Z K nr 20 poz 84 z 1968 r)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz U PRL nr 35, poz 310 z dnia 17 grudnia 1971 r)

4 Autor projektu normy — inż Zofia Nowak — Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego ROKITA