

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Półprodukty do barwników Benzenosulfochlorek	6021-08
		Zamiast BN 65/6021-08
		Grupa katalogowa X 22

1 WSTĘP

1.1 Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest benzenosulfochlorek otrzymywany przez działanie kwasu chlorosulfonowego na benzen. Benzenosulfochlorek ma

a) wzór sumaryczny — $C_6H_5O_2SCL$,

b) wzór budowy —



c) masę cząsteczkową — 176,623 (1963 r)

1.2 Zakres stosowania przedmiotu normy Benzenosulfochlorek stosuje się do otrzymywania zasad naftoelanowych, chloroaminy B i pochodnych kwasu benzenosulfonowego

2 PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1 Rodzaje W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się dwa rodzaje benzenosulfochloru

S — surowy,

D — destylowany

2.2 Przykład oznaczenia benzenosulfochloru destylowanego

BENZENOSULFOCHLOREK D BN-74/6021-08

3 WYMAGANIA

3.1 Wygląd zewnętrzny Benzenosulfochlorek surowy powinien być oleistą cieczą, barwy żółtej. Dopuszczalny odcień brązowy. Benzenosulfochlorek destylowany powinien być oleistą cieczą barwy jasnożółtej

3.2 Wymagania chemiczne i fizyczne — wg tabl 1

Tablica 1

Cechy	Wymagania	
	rodzaje	
	S	D
a) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż	11	14
b) Kwasów w przeliczeniu na HCl, %, nie więcej niż	0,1	0,1
c) Benzenosulfochloru, %, nie mniej niż	91,5	98
d) Wody, %, nie więcej niż	0,5	0,2

3.3 Trwałość Benzenosulfochlorek pakowany — wg 4.1 i przechowywany w warunkach — wg 4.2 powinien zachowywać wszystkie wymagania przez 6 mies od daty wyprodukowania

4 PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1 Pakowanie Benzenosulfochlorek należy pakować w bębny metalowe o pojemności 200 dm³ wg BN-69/5046-01 rodzaju 1, odmiany 5, grupy 2 lub wg BN-69/5046-03 rodzaju 1, odmiany 5, podtypu 1 albo w beczki polietylenowe pojemności 115 dm³

Korki do zamykania bębnow metalowych powinny być uszczelnione azbestem lub podkładkami z PCW, natomiast korki do zamykania beczek polietylenowych powinny być uszczelnione podkładkami gumowymi. Na każdym bębnie metalowym należy umieścić trwały napis, a do beczek polietylenowych przywiesić etykietę zawierającą co najmniej

a) nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,

b) oznaczenie wg 2.2,

c) numer partii,

d) datę produkcji,

e) masę brutto i netto,

f) znak niebezpieczeństwa dla materiałów żrących — wg PN-67/O-79252 p 2.3.6

4.2 Przechowywanie Benzenosulfochlorek należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1 lub w zbiornikach stalowych wyłożonych płytkami ceramicznymi kwasoodpornymi w magazynach dobrze wentylowanych, suchych, w temperaturze 15 — 25°C. Podłogi magazynu powinny być wyłożone płytkami kwasoodpornymi

Bębny metalowe i beczki polietylenowe należy ustawiać w pozycji stojącej, w dwóch rzędach. Dopuszczalne jest ustawienie bębnow metalowych w dwóch warstwach

4.3 Formowanie jednostek ładunkowych W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200. Ładunek na palecie powinien

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 10 lipca 1974 r
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1975 r
(Dz Norm i Miar nr 31/1974 poz 93)

być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją

4 4 Transport Benzenosulfochlorek należy przewozić w opakowaniu wg 4 1 krytymi środkami transportowymi zgodnie z obowiązującymi przepisami o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych, zarówno w kraju jak i na liniach międzynarodowych oraz na drogach publicznych

Znajdujące się wewnątrz środka transportu ostre części, jak haki, sruby, gwóźdź itp. powinny być usunięte lub zabezpieczone tak, aby nie uszkodziły opakowań w czasie transportu. Opakowania z produktem należy stawiać w pozycji stojącej tak, aby stanowiły zwartą całość.

Dopuszczalne jest ustawienie bębnow metalowych w dwóch warstwach. Opakowania należy zabezpieczyć przed przesuwaniem lub przewracaniem.

5 BADANIA

5 1 Rodzaje badań

- oznaczanie temperatury krzepnięcia (3 2a),
- oznaczanie zawartości kwasów (3 2b),
- oznaczanie zawartości benzenosulfochlorku (3 2c),
- oznaczanie zawartości wody (3 2d)

5 2 Wielkość partii Partię stanowi najwyżej 20 ton produktu

5 3 Pobieranie próbek Przy pobieraniu próbek obowiązują postanowienia PN-67/C-04500. W każdej partii w zależności od liczności opakowań należy wybrać w sposób losowy następującą liczbę opakowań jednostkowych do pobrania próbek — wg tabl 2

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wziąć do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 — 15	5
16 — 25	7
26 — 63	8
ponad 63	14

Z każdego wybranego opakowania należy pobrać zgłębnikiem 1-1000/8 lub 2-1000 — wg PN/C-60008 z całej grubości warstwy dwie próbki każda o masie co najmniej 100 g

Masa próbki ogólnej nie powinna być mniejsza niż 2000 g. Probkę ogólną umieścić w czystym, suchym naczyniu odpowiedniej wielkości, dokładnie wymieszać, po czym pobrać z niej średnią próbkę laboratoryjną. Wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co naj-

mniej 1000 g. Probkę do badań rozjemczych przechowywać w ciągu jednego miesiąca

W przypadku zakrzepnięcia benzenosulfochlorku należy go przed pobraniem próby doprowadzić do postaci ogólnie ciekłej ogrzewając w temperaturze nie przekraczającej 50°C

5 4 Opis badań

5 4 1 Oznaczanie temperatury krzepnięcia

5 4 1 1 Przygotowanie próbki 50 cm³ badanego benzenosulfochlorku przenieść do słoika z doszlifowanym korkiem o pojemności 150 cm³, dodać 30 g bezwodnego chlorku wapniowego i pozostawić na 4 godz. Następnie odsączyć benzenosulfochlorek od chlorku wapniowego

5 4 1 2 Wykonanie oznaczenia — wg PN/C-04514. W czasie chłodzenia po osiągnięciu temperatury około 11°C wrzucić do próbki z badanym benzenosulfochlorkiem zaszczip (kilka kryształów). Jako zaszczip stosować benzenosulfochlorek cz d a lub benzenosulfochlorek destylowany przygotowany w następujący sposób. Benzenosulfochlorek surowy przedestylować dwukrotnie pod próżnią. Początkową i końcową frakcję destylatu odrzucić. Otrzymany benzenosulfochlorek destylowany wysuszyć jak w 5 4 1 1. Wysuszony benzenosulfochlorek doprowadzić do stanu stałego przez silne przechłodzenie (10°C). Benzenosulfochlorek destylowany przed użyciem powinien być przez co najmniej 30 min w stanie stałym, w temperaturze 0 — 5°C

5 4 2 Oznaczanie zawartości kwasów

5 4 2 1 Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz roztwór 0,1n
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy
- Chloroform cz

5 4 2 2 Wykonanie oznaczenia Odważyć około 5 g badanego benzenosulfochlorku z dokładnością do 0,0002 g i przenieść do kolby stożkowej o pojemności 400 cm³ zawierającej 50 cm³ wody i 25 cm³ chloroformu. Całość dobrze wymieszać, dodać 5 kropli fenoloftaleiny i miareczkować wodorotlenkiem sodowym do uzyskania różowego zabarwienia. W trakcie miareczkowania dodawać fenoloftaleinę, która odbarwia się w chloroformie

Zawartość kwasów (X_1) w przeliczeniu na HCl obliczyć w procentach — wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,00365 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,365}{m}$$

w którym

V — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego użytego do miareczkowania wolnych kwasów, cm³,

m — odważka badanego benzenosulfochloru, g,

0,00365 — ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n wodorotlenku sodowego, g

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,02%

5 4 3 Oznaczenie benzenosulfochloru

5 4 3 1 Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz roztwór 0,1n
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy
- Pirydyna cz

5 4 3 2 Wykonanie oznaczenia Odważyć około 0,3 g badanego benzenosulfochloru z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do zlewki o pojemności 250 cm³ i rozpuścić w 10 cm³ pirydyny. Następnie roztwór rozcieńczyć 10 cm³ wody destylowanej, dobrze wymieszać, dodać 5 kropli fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do wyraźnego czerwonego zabarwienia. Pod koniec miareczkowania dodać jeszcze kilka kropli fenoloftaleiny w celu lepszego uchwycenia zmiany barwy.

Zawartość benzenosulfochloru (X_2) obliczyć w procentach — wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - V \frac{m_1}{m}) \cdot 0,00883 \cdot 100}{m_1}$$

w którym

V_1 — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

V — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania kwasów w odważce m wg 5 3 2 2, g,

m — odważka benzenosulfochloru wg 5 4 2 2, g,

m_1 — odważka benzenosulfochloru, g,

0,00883 — ilość benzenosulfochloru odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n wodorotlenku sodowego, g

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,5%

5 4 4 Oznaczenie zawartości wody wykonać wg PN-66/C-04523

5 4 5 Interpretacja wyników Przy obliczaniu wyników stosować zasady interpretacji — wg PN-70/N-02120 metodą Z

5 5 Zaswiadczenie o wynikach badań Producent jest obowiązany przedstawić zaświadczenie o wynikach badań, stwierdzające zgodność z wymaganiami normy

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne w Bydgoszczy

2 Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6021-08 Dokładniej sprecyzowano warunki pakowania, przechowywania i transportu

3 Normy i dokumenty związane

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

PN/C-04514 Oznaczenie temperatury krzepnięcia substancji organicznych

PN-66/C-04523 Oznaczenie zawartości wody metodą destylacyjną

PN/C-60008 Chemiczne badania i próby Przyrządy do pobierania próbek Zgłębniki do produktów ciekłych

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

BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r (Dz T i ZK 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 z dnia 17 grudnia 1971 r)

— Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną materiałów niebezpiecznych (RID), załącznik 1 do konwencji CIM (Dz U PRL Nr 21, poz 137 z dnia 29 czerwca 1968 r)

— Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej, załącznik 4 do Umowy SMGS (Dz T i ZL Nr 7, poz 35, 1966 r)

2 **BN-74/6021-08 Produkty do barwników Benzenosulfochlorok**
X 21

poprawka 1

Na stronie 3 w punkcie 5 4 3 2 w objaśnieniu symboli we wzorze zamiast V — objętość ściśle 0,1n roztworu wg 5 3 2 2, g, powinno być V — objętość ściśle 0,1n roztworu wg 5 4,2 2, cm^3

(Biuletyn PKNiM nr 10/75 poz 107)