UKD 547.655.4:668.811.032

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA Półprodukty do barwników Kwas J	BN-81 6021-12 Zamiast BN-66/6021-12 Grupa katalogowa 1022

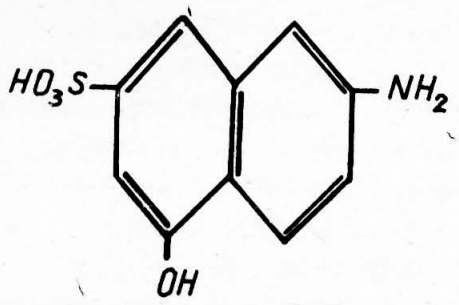
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas J otrzymywany przez sulfonowanie kwasu Tobiasa i alkaliczne stapianie soli sodowej kwasu amino-J.

Kwas J ma:

a) wzór sumaryczny $C_{10}H_9O_4NS$,

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 239,25 (1974),

d) inne nazwy: kwas 2-amino-5-naftolo-7-sulfonowy, kwas 2-amino-5-hydroksynaftalenosulfonowy-7, kwas 6-amino-α-naftolo-sulfonowy-3.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kwas J stosuje się do produkcji barwników azowych i półproduktów do barwników.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od procentowej zawartości kwasu J oraz ilości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki: I i II.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu J gatunku I:

KWAS J I BN-81/6021-12

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Kwas J powinien być proszkiem barwy szarej do brązowej.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Kwasu J określonego przez sprzęganie, %, nie mniej niż	90,0[1])	87,0
b) Stosunek liczby sprzęgania do liczby dwuazowania	0,97 ÷ 1,03	0,9 ÷ 1,1
c) Kwasu amono-J w przeliczeniu na produkt 100-procentowy wg sprzęgania, %, nie więcej niż[2])	1,5	2,0
d) Części nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego w przeliczeniu na produkt 100-procentowy wg sprzęgania, %, nie więcej niż	0,3	0,5
e) Rozpuszczalność molarna w przeliczeniu na produkt 100-procentowy wg sprzęgania, %, nie więcej niż[2])	5,0	6,5

[1]) Dla produktu przeznaczonego na eksport: kwasu J, %, nie mniej niż 92.

[2]) Nie oznacza się dla produktu przeznaczonego na eksport.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 24 stycznia 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1981 poz. 36)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1981. Druk. Wyd. Norm. W-wa. Ark. wyd. 1,00 Nakł. 1500 + 55 Zam. 608/81 Cena zł. 5.40

3.3. Trwałość. Kwas J opakowany i przechowywany zgodnie z rozdz. 4 powinien odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 przez okres co najmniej 24 miesięcy, licząc od daty produkcji. Po tym czasie może być stosowany dopiero po ponownym sprawdzeniu zgodności parametrów z wymaganiami wg 3.1 i 3.2.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas J należy pakować w ilości po 35 kg do worków wykonanych z rękawów z folii poliolefinowej o wymiarach 600 × 1300 mm, umieszczonych dodatkowo w workach papierowych OK-4 + 1 AP o symbolu wg SWW 1822-21 zgodnie z PN-76/79005, o wymiarach 600 × 1200 mm wg PN-68/O-79027.

Znakowanie opakowań należy wykonać w widoczny sposób zgodnie z PN-76/O-79252, umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej:

a) nazwę lub znak wytwórni,
b) oznaczenie wg 2.2,
c) numer partii i datę produkcji,
d) masę brutto i netto.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe powinny być formowane na paletach o wymiarach 800 × × 1200 mm wg PN-75/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Kwas J należy przechowywać w szczelnie zamkniętych opakowaniach wg 4.1 w suchych i chłodnych pomieszczeniach magazynowych.

4.4. Transport. Kwas J w opakowaniach wg 4.1 należy przewodzić krytymi środkami transportu.

Przy przewozie koleją produkt należy ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając opakowania przed przemieszczaniem się w czasie transportu w sposób zgodny z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej[1]).

W transporcie samochodowym produkt należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep[1]).

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1),
b) oznaczanie zawartości kwasu J (3.2a),
c) oznaczanie stosunku liczby sprzęgania do liczby dwuazowania (3.2b),
d) oznaczanie zawartości kwasu amono-J (3.2c),
e) oznaczanie zawartości części nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego (3.2d),
f) oznaczanie rozpuszczalności molarnej (3.2e).

5.2. Wielkość partii. Partię kwasu J stanowi jedna partia stopowa, tzn. około 1 t produktu, lub zawartość około 30 opakowań.

[1]) Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

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

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wybranych do pobrania próbek
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 30	12

Próbki pierwotne należy pobierać próbnikiem 14 ÷ 16 wg PN-74/C-60008.

Masa średniej próbki laboratoryjnej przeznaczonej do badań, nie powinna być mniejsza niż 500 g. Część średniej próbki laboratoryjnej do badań rozjemczych, w ilości nie mniejszej niż 200 g, należy przechowywać przez okres 3 miesięcy od daty wysłania produktu na teren kraju, próbki z partii przeznaczonych na eksport przechowywać 6 miesięcy.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego — wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości kwasu J metodą sprzęgania z solą dwuazoniową aniliny

5.4.2.1. Aparatura, przyrządy i materiały

a) Bibuła do sączenia szybkosącząca.
b) Biureta ze szkła oranżowego z płaszczem chłodzącym.
c) Mieszadło elektryczne.
d) Ultrakriostat typ MK-70 firmy VEB MLW Prüfgeräte-Werk Medingen — NRD lub inna łaźnia chłodząca utrzymująca temperaturę 0 ÷ 5°C.

5.4.2.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek sodowy cz.d.a.
b) Kwas solny cz.d.a. (1,18), roztwór 17-procentowy.
c) Sól dwuzoniowa aniliny, roztwór 0,1N, przygotowany w następujący sposób: w zlewce pojemności 100 cm^3 odważyć 1,862 g świeżo przedestylowanej aniliny cz.d.a., dodać 20 cm^3 wody destylowanej i 45 cm^3 kwasu solnego cz.d.a. (1,18). Zlewkę umieścić w łaźni chłodzonej do temperatury poniżej 5°C i dodawać z biurety 0,5N roztwór azotynu sodowego cz.d.a. aż do chwili, gdy papierek jodoskrobiowy zwilżony otrzymanym roztworem soli dwuazoniowej aniliny zabarwi się na niebiesko.

Podczas dwuazowania temperatura nie powinna przekorczyć 5°C. Po zakończonej reakcji dwuazowania, zawartość zlewki przenieść ilościowo do kolby pojemności 200 cm^3, uzupełnić do kreski wodą destylowaną ochłodzoną do temperatury 0 ÷ 5°C i dokładnie wymieszać. Tak przygotowany roztwór soli dwuazoniowej aniliny należy przechowywać w naczyniu z ciemnego szkła w temperaturze 0 ÷ 5°C.

Roztwór jest trwały przez 4 h od chwili przygotowania.

d) Sól jednosodowa kwasu H cz., roztwór 1-procentowy w 10-procentowym roztworze węglanu sodowego cz.d.a.

e) Węglan sodowy cz.d.a. roztwór 10-procentowy.

5.4.2.3. Wykonanie oznaczania. W zlewce pojemności 250 cm^3 odważyć około 10 g badanego kwasu J z dokładnością do 0,0002 g, dodać 30 cm^3 roztworu węglanu sodowego i około 50 cm^3 wody destylowanej, zawartość zlewki ogrzać do temperatury nie wyższej niż 60°C i mieszać do całkowitego rozpuszczenia. Całość przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Następnie do zlewki pojemności 250 cm^3 odmierzyć 50 cm^3 przygotowanego roztworu, zobojętnić roztworem kwasu solnego do pH = 7, dodać 50 cm^3 roztworu węglanu sodowego i całość ochłodzić do temperatury 0 ÷ 5°C. Zawartość zlewki miareczkować roztworem soli dwuazoniowej aniliny, umieszczonym w biurecie ze szkła oranżowego, chłodzonej oziębioną do około 0 ÷ 5°C wodą.

Roztwór soli dwuazoniowej dodawać początkowo szybko, a pod koniec miareczkowania kroplami.

W czasie miareczkowania zawartość zlewki energicznie mieszać, utrzymując temperaturę 0 ÷ 5°C.

Przebieg reakcji sprzęgania sprawdzać na bibule do sączenia.

W celu lepszej obserwacji przebiegu reakcji sprzęgania należy w końcowym etapie sprzęgania dodać do roztworu około 50 g chlorku sodowego.

Za koniec miareczkowania przyjąć moment, w którym roztwór miareczkowany naniesiony na bibułę nie wykazuje już reakcji barwnej z solą dwuazoniową aniliny, a zaczyna wykazywać barwną reakcję z roztworem soli jednosodowej kwasu H.

Zawartość kwasu J (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}0239 \cdot 10 \cdot 100}{m} = \frac{23{,}9 \cdot V}{m} \qquad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N roztworu soli dwuazoniowej aniliny zużytego do miareczkowania, cm^3,

m — odważka kwasu J, g,

0,0239 — ilość kwasu J odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1N roztworu soli dwuazoniowej aniliny, g.

5.4.2.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań, których różnica nie przekracza 0,5.

5.4.3. Oznaczanie stosunku liczby sprzęgania do liczby dwuazowania

5.4.3.1. Przyrządy i materiały

a) Mieszadło magnetyczne.

b) Papierki jodoskrobiowe.

c) Papierki Kongo.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.

b) Dyspergator NNO rodzaj S-10 wg BN-79/6069-06, roztwór 40-procentowy.

c) Kwas solny cz.d.a. (1,18).

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 4-procentowy.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania zawartości kwasu J metodą dwuazowania. W zlewce pojemności 100 cm^3 odważyć około 4 g badanego kwasu J z dokładnością do 0,0002 g.

Zlewkę umieścić na mieszadle magnetycznym i mieszając dodać 50 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego. Po rozpuszczeniu próbki, roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

50 cm^3 przygotowanego roztworu umieścić w zlewce pojemności 400 cm^3, dodać 50 cm^3 roztworu Dyspergatora NNO i całość doprowadzić do temperatury 25°C. Następnie zawartość zlewki miareczkować roztworem azotynu sodowego. Ilość dodanego roztworu azotynu sodowego powinna być mniejsza o 1 cm^3 od ilości będącej wynikiem wstępnego miareczkowania wykonanego w tych samych warunkach i opartego na dwuazowaniu bezpośrednim. Po wprowadzeniu tej ilości roztworu azotynu sodowego, dodać do zlewki bardzo szybko 5 cm^3 kwasu solnego i domiareczkować zawartość zlewki roztworem azotynu sodowego do uzyskania trwałego, utrzymującego się przez 5 min, niebieskiego zabarwienia papierka jodoskrobiowego. Pod koniec miareczkowania dwuazowany roztwór powinien wykazać wyraźnie, na papierku Kongo, odczyn kwaśny. W przeciwnym przypadku dwuazowanie należy powtórzyć z większą ilością kwasu solngo.

Zawartość kwasu J (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0{,}0239 \cdot 5 \cdot 100}{m} = \frac{11{,}95 \cdot V}{m} \qquad (2)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3,

m — odważka kwasu J, g,

0,0239 — ilość kwasu J odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1N roztworu azotynu sodowego, g.

Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań, których różnica nie przekracza 0,5.

5.4.3.4. Stosunek liczby sprzęgania do liczby dwuazowania obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{X_1}{X_2} \qquad (3)$$

w którym:

X_1 — zawartość kwasu J oznaczona metodą sprzęgania, wg 5.4.2, %,

X_2 — zawartość kwasu J oznaczona metodą dwuazowania, wg 5.4.3.3, %.

5.4.4. Oznaczanie zawartości kwasu amino-J

5.4.4.1. Zasada oznaczania polega na rozdzieleniu badanego kwasu J medodą chromatografii bibułowej wstępującej i porównaniu w świetle lampy kwarcowej zawartości kwasu amino-J w badanej próbce ze skalą wzorców.

5.4.4.2. Aparatura, przyrządy i materiały

a) Bibuła chromatograficzna Whatman nr 4 lub 41 o wymiarach co najmniej 350 × 250 mm.

b) Komora chromatograficzna firmy Shandon o wymiarach 335 × 170 × 360 mm, z pokrywą na szlif lub naczynie szklane z pokrywą na szlif zaopatrzone w szklany stojak do zawieszania bibuły.

c) Komora chłodząca utrzymująca temperaturę 5 ÷ 10°C o wymiarach większych od wymiarów komory chromatograficznej lub chłodziarka.

d) Lampa kwarcowa z filtrem o krótkim zakresie fal UV (254 nm).

e) Mikrostrzykawka pojemności 10 mm^3 lub mikropipeta.

5.4.4.3. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy cz.d.a., roztwór wodny 1 + 1.

b) Kwas amino-J oczyszczony, przygotowany w następujący sposób: 100 g odfiltrowanej pasty kwasu amino-J technicznego rozpuścić w 100 cm^3 wrzącej wody destylowanej i dodać 200 cm^3 kwasu solnego cz.d.a. (1,18). Po ochłodzeniu odsączyć wytrącony osad przez Lejek Büchnera. Następnie osad przenieść do zlewki pojemności 500 cm^3, dodać 100 cm^3 wody destylowanej i 20 g tlenku magnezowego ch.cz. ogrzać do wrzenia i utrzymywać we wrzeniu w ciągu 20 ÷ 25 min.

Gorącą masę odfiltrować na lejku Büchnera. Filtrat ochłodzić do 0°C i odstawić do krystalizacji, utrzymując temperaturę 0°C.

Otrzymaną sól magnezową kwasu amino-J przekrystalizować w 50 cm^3 wody destylowanej, przeprowadzić w sól jednosodową za pomocą kwaśnego węglanu sodowego cz.d.a. i wysuszyć w temperaturze 100°C bez dostępu światła.

Procentową zawartość kwasu amino-J oznaczyć metodą dwuazowania.

Koniec reakcji dwuazowania sprawdzać na papierku jodoskrobiowym, którego zabarwienie powinno utrzymać się w ciągu 5 min.

W obliczeniach procentowej zawartości uwzględnić masę cząsteczkową soli jednosodowej kwasu amino-J.

c) Roztwór rozwijający: woda nasycona cykloheksanolem, przygotowana w następujący sposób: wymieszać cykloheksanol cz. z wodą destylowaną w stosunku objętościowym 1 + 1 i pozostawić na okres jednego dnia, co pewien czas wstrząsając. Powstałe warstwy rozdzielić; warstwa dolna — wodna służy jako układ rozwijający.

d) Woda amoniakalna cz.d.a.

5.4.4.4. Przygotowanie roztworów wzorcowych kwasu amino-J. Odważyć 0,2 g kwasu amino-J oszyszczonego (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy) z dokładnością do 0,0002 g, odważkę rozpuścić w 30 cm^3 roztworu alkoholu etylowego, dodać 3 ÷ 5 kropli wody amoniakalnej, roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i uzupełnić roztworem alkoholu etylowego do kreski. Z tak przygotowanego roztworu, za pomocą pipety pojemności 5 cm^3 z podziałką co 0,1 cm^3; odmierzyć do kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 kolejno 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 i 2,5 cm^3 roztworu, uzupełnić roztworem alkoholu etylowego do kreski i dokładnie wymieszać. Otrzymane roztwory będą odpowiadały zawartości: 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 i 2,5% kwasu amino-J w badanym kwasie J w przeliczeniu na produkt 100-procentowy.

5.4.4.5. Przygotowanie roztworu badanego kwasu J. Odważyć 0,2 g badanego kwasu J (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy wg metody sprzęgania) z dokładnością do 0,0002 g, odważkę rozpuścić w 30 cm^3 roztworu alkoholu etylowego, dodać 3 ÷ 5 kropli wody amoniakalnej, roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i uzupełnić do kreski roztworem alkoholu etylowego.

5.4.4.6. Przygotowanie komory chromatograficznej. Do komory chromatograficznej wprowadzić roztwór rozwijający, w takiej ilości aby stanowił warstwę wysokości 1 cm. Komorę umieścić w komorze chłodzącej w temperaturze 5 ÷ 10°C.

5.4.4.7. Wykonanie oznaczania. Na bibułę chromatograficzną nanieść mikrostrzykawką roztwór badanego kwasu J wg 5.4.4.5 oraz wzorcowe roztwory kwasu amino-J wg 5.4.4.4 w ilościach po 10 mm^3, tak, aby średnica powstałych plam wynosiła około 0,5 cm. Krople nanieść na jednej linii poziomej w odległości 2 cm od dolnego brzegu i 3 cm od siebie. Dolny brzeg bibuły zanurzyć od roztworu rozwijającego tak, aby naniesione plamy znajdowały się 1 cm nad jego poziomem. Komorę zamknąć i pozostawić w tmperaturze 5 ÷ 10°C przez około 2 h. Następnie wyjąć chromatogram z komory chromatograficznej i natychmiast oglądać w świetle lampy kwarcowej.

Porównać wizualnie plamę powstałą z roztworu badanego kwasu J z szeregiem plam wzorcowych.

Na podstawie obserwacji wielkości plam i intensywności fluorescencji określić procentową zawartość kwasu amino-J w badanym kwasie J w przeliczeniu na produkt 100-procentowy.

5.4.5. Oznaczanie zawartości części nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego

5.4.5.1. Przyrządy i materiały

a) Sączek ilościowy średni lub tygiel Schotta G-3.

b) Papierki uniwersalne.

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory. Węglan sodowy cz., roztwór 10-procentowy.

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 10 g kwasu J z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 800 cm^3, dodać 300 cm^3 wody destylowanej i 50 cm^3 roztworu węglanu sodowego. Całość ogrzać do temperatury 60°C, mieszając do całkowitego rozpuszczenia się kwasu J. Roztwór przesączyć przez sączek lub tygiel Schotta, uprzednio wysuszony do stałej masy w temperaturze 80°C i zważony z dokładnością do 0,001 g.

Osad przemyć wodą destylowaną z dodatkiem niewielkiej ilości roztworu węglanu sodowego, a następnie trzykrotnie wodą destylowaną o temperaturze 60°C, do uzyskania odczynu obojętnego na papierek uniwersalny.

Osad wysuszyć w suszarce do stałej masy w temperaturze 80°C i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

Zawartość części nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego (X_4) w przeliczeniu na produkt

100-procentowy wg metody sprzęgania obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot X_1} \qquad (4)$$

w którym:

m_1 — masa sączka lub tygla z osadem po wysuszeniu, g,

m_2 — masa sączka lub tygla, g,

m — odważka badanego kwasu J, g,

X_1 — zawartość kwasu J oznaczona metodą sprzęgania, %.

5.4.5.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przejąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań, których różnica nie przekracza 0,05.

5.4.6. Oznaczanie rozpuszczalności molarnej

5.4.6.1. Zasada oznaczania polega na określeniu, metodą sprzęgania z solą dwuazoniową aniliny, pozostałego w roztworze wodnym kwasu J, po wysoleniu go chlorkiem sodowym.

5.4.6.2. Aparatura, przyrządy i materiały

a) Bibuła do sączenia średniej gęstości.

b) Biureta ze szkła oranżowego z płaszczem chłodzącym.

c) Mieszadło laboratoryjne.

d) Pehametr.

e) Ultratermostat.

5.4.6.3. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek sodowy cz. i roztwór nasycony.

b) Kwaśny węglan sodowy bezwodny cz.d.a.

c) Sól dwuazoniowa aniliny, roztwór 0,1N, przygotowany wg 5.4.2.2c).

d) Węglan sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.4.6.4. Wykonanie oznaczania. Do kalibrowanej zlewki pojemności 800 cm^3 odważyć, z dokładnością do 0,01 g, 23,9 g kwasu J (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy wg metody sprzęgania wg 5.4.2), dodać 50 cm^3 wody detylowanej i dokładnie wymieszać do uzyskania konsystencji pasty. Zlewkę umieścić w termostacie, dodać 300 cm^3 wody destylowanej, zaopatrzyć w mieszadło i termometr. Mieszadło uruchomić i utrzymując temperaturę 19 ÷ 20°C mieszać zawartość zlewki do uzyskania jednorodnej mieszaniny. Otrzymana zawiesina kwasu J powinna wykazywać na pehametrze pH 3 ÷ 3,5.

W przypadku pH niższego od 3 należy dodać z biurety roztworu węglanu sodowego do uzyskania żądanej wartości pH. Następnie wyjąć mieszadło i termometr, zawartość zlewki uzupełnić wodą destylowaną do objętości 400 cm^3 i ponownie umieścić w zlewce mieszadło i termometr.

Po uruchomieniu mieszadła dodać porcjami w ciągu 10 min 10 g kwaśnego węglanu sodowego, utrzymując przez cały czas temperaturę 19 ÷ 20°C. Zawartość zlewki mieszać do całkowitego rozpuszczenia się kwasu J. Do otrzymanego roztworu dodać porcjami w ciągu 30 min 150 g chlorku sodowego, utrzymując temperaturę 20 ±1°C.

Po zakończeniu wysalania, zawartość zlewki mieszać jeszcze przez 4 h, utrzymując temperaturę 20 ±1°C. Następnie wyjąć mieszadło i termometr, zawartość zlewki uzupełnić do objętości 500 cm^3 nasyconym roztworem chlorku sodowego o temperaturze 20 ±1°C, po czym ponownie umieścić w zlewce mieszadło i termometr. Zawartość zlewki mieszać jeszcze przez 15 min, utrzymując temperaturę 20 ±1°C.

Całość przesączyć przez sączek z bibuły o średniej gęstości.

Temperaturę w czasie sączenia utrzymywać na poziomie 20 ±1°C, a czas sączenia nie może przekroczyć 10 min.

Do zlewki pojemności 600 cm^3 odmierzyć 250 cm^3 otrzymanego przesączu, dodać 10 g roztworu węglanu sodowego, całość ochłodzić do temperatury 0 ÷ 5°C i w tej temperaturze miareczkować zawartość zlewki roztworem soli dwuazoniowej aniliny, umieszczonym w biurecie ze szkła oranżowego, chłodzonej wodą oziębioną do około 5°C.

Pod koniec miareczkowania sprawdzić na bibule przebieg reakcji sprzęgania, nanosząc kroplę roztworu miareczkowanego i obok kroplę roztworu soli dwuazoniowej aniliny. Na granicy wycieków z obu roztworów powinno pojawić się zabarwienie żółte oraz czerwonobrunatne.

Za koniec miareczkowania przyjąć moment, w którym nie pojawi się zabarwienie czerwonobrunatne.

Rozpuszczalność molarną kwasu J (X_5) w przeliczeniu na produkt 100-procentowy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{0{,}0239 \cdot 500 \cdot V \cdot 100}{250 \cdot 23{,}9} = \frac{1}{5} \cdot V \qquad (5)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N roztworu soli dwuazoniowej aniliny zużytego do miareczkowania, cm^3,

0,0239 — ilość kwasu J odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1N roztworu soli dwuazoniowej aniliny, g,

23,9 — odważka kwasu J w przeliczeniu na produkt 100-procentowy wg metody sprzęgania, g.

5.4.6.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań, których różnica nie przekracza 0,5.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczań parametrów wg 3.2 należy przeprowadzać zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

5.6. Ocena wyników badań. Partię kwasu J należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań, podanych w 5.1, są zgodne z wymaganiami p. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii wysłanego produktu wytwórca obowiązany jest dołączyć zaświadczenie stwierdzające zgodność wyników badań z wymaganiami normy.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego ORGANIKA-ROKITA w Brzegu Dolnym.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6021-12

a) ze względu na brak w kraju produkcji kwasu J w postaci pasty, zrezygnowano z ujmowania tego rodzaju kwasu J w nowelizowanej normie,

b) wprowadzono dwa gatunki kwasu J w zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń,

c) dla produktu przeznaczonego na eksport przyjęto zawartość kwasu J na poziomie nie mniej niż 92%,

d) wprowadzono stosunek liczby sprzęgania do liczby dwuazowania,

e) zrezygnowano z oznaczania wybarwienia,

f) uściślono i uaktualniono postanowienia dotyczące pakowania, przechowywania i transportu.

3. Normy i dokumenty związane

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

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

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowejściowe bez skrzydeł drewniane 800 × 1200-EUR

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

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

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

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

BN-79/6069-06 Dyspergator NNO

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik Nr 10 do DKP (Dz.T i ZK z 1968 r., nr 4 poz. 10) wraz z późniejszymi zmianami

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

4. Normy zagraniczne

Indie IS 6264 — 1971 Specification for J-ACID

NRD WFS 46 (1965) Organische Zwischenprodukte. I-Säure. Paste und Pulver

ZSRR ГОСТ 19661-63 2-амино-5-нафтол-7-сульфокислота техническая

5. Symbol wg SWW — SWW 1243-435.

6. Autorzy projektu normy — mgr inż. D. Adamczak mgr inż. E. Gnitecka, mgr inż. J. Kopertowski — Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organianicznego ORGANIKA—ROKITA w Brzegu Dolnym.