

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-81
	Półprodukty do barwników Kwas gamma	6021-17
		Zamiast ✓ BN-69/6021-17
		Grupa katalogowa 1022

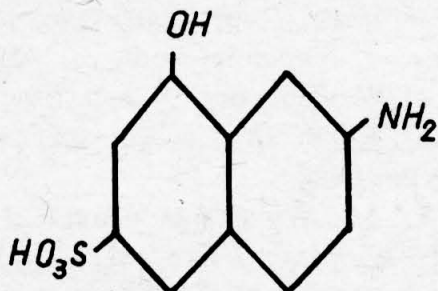
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas gamma otrzymywany przez alkaliczne stąpienie kwasu amino G.

Kwas gamma ma:

a) wzór sumaryczny $C_{10}H_9O_4SN$,

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową — 239,25 (1961 r.)

d) nazwę systematyczną — kwas 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowy.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kwas gamma stosuje się jako półprodukt w przemyśle barwnikarskim.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od postaci i przeznaczenia rozróżnia się dwa rodzaje kwasu gamma:

A — pasta prasowana przeznaczona na zbył,

B — pasta zwykła przeznaczona na zużycie wewnętrzne.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu gamma rodzaju A:
KWAS GAMMA A — BN-81/6021-17

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Kwas gamma w postaci pasty prasowanej i pasty zwykłej powinien mieć barwę od jasno- do ciemnoszarej.

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

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje	
	A	B
a) Zawartość kwasu gamma, %, nie mniej niż	60	30
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w roztworze węgla sodowego, w przeliczeniu na produkt 100-procentowy, %, nie więcej niż	0,6	0,7
c) Rozpuszczalność molarna ¹⁾ w przeliczeniu na produkt 100-procentowy, %, nie więcej niż	7,0	7,0
d) Wybarwienie	zgodne z wzorcem * wg 5.4.5.6	

¹⁾ Oznaczać na życzenie odbiorcy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas gamma rodzaju A należy pakować w bębny metalowe lekkie wg BN-76/5046-02 pojemności 100 dm³ zawierające wewnątrz worki polietylenowe wg BN-77/6414-06. Kwas gamma rodzaju B należy pakować w beczki drewniane wg PN-76/O-79351 pojemności 115 dm³.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii,
- masę brutto i netto,
- datę produkcji.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-76/O-79252.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji kwas gamma w opakowaniach transportowych należy formować w jednostki ładunkowe przy użyciu palet ładunkowych wg PN-75/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez 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)

4.3. Przechowywanie. Kwas gamma należy przechowywać w krytych pomieszczeniach magazynowych. Czas przechowywania nie dłuższy niż:

- dla rodzaju A — 12 miesięcy,
- dla rodzaju B — 6 miesięcy.

4.4. Transport. Kwas gamma należy przewozić krytymi środkami transportu z zastosowaniem obowiązujących w transporcie Przepisów przewozowych¹⁾. Ładunek w opakowaniach transportowych należy zabezpieczyć przed uszkodzeniem w czasie przewozu.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) oznaczanie zawartości kwasu gamma (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego (3.2b),
- d) oznaczanie rozpuszczalności molarnej (3.2c),
- e) wykonanie wybarwienia (3.2d).

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi około 1,5 Mg produktu.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać wg PN-67/C-04500. Z każdej partii produktu należy wybrać w sposób losowy do pobrania próbek liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 5 6 ÷ 15	wszystkie 5

Próbki należy pobierać próbnikiem 8 ÷ 13 wg PN-74/C-60008. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić około 200 g.

Próbki do badań rozjemczych przechowywać należy przez 3 miesiące od daty wystania produktu z zakładu produkcyjnego.

W przypadku produktu przeznaczonego na eksport próbki przechowywać przez 6 miesięcy.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego wykonać wzrokowo.

5.4.2. Oznaczanie zawartości kwasu gamma

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek *p*-nitrobenzenodwuazoniowy, roztwór 0,1N przygotowany w następujący sposób: 6,9 g czystej *p*-nitroaniliny odważyć na szkiełku zegarkowym z dokładnością do 0,01 g, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 400 cm³, dodać 150 cm³ wody i 50 cm³ kwasu solnego (1,19). Zawartość zlewki podgrzać do rozpuszczenia się *p*-nitroaniliny. Gorący roztwór wlewać stopniowo do naczynia zawierającego 50,5 cm³ 1N roztworu azotynu sodowego oraz 200 g lodu i szybko mieszać przez 15 min. Nadmiar azotynu sodowego

wykazać przy użyciu papierka jodoskrobiowego. W przypadku intensywnego niebieskiego zabarwienia papierka należy dodać mocznika cz.d.a. do uzyskania lekko niebieskiego zabarwienia.

Otrzymany roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i uzupełnić wodą do kreski. Roztwór każdorazowo świeżo przygotowany przechowywać w czasie trwania analizy w chłodnym i ciemnym miejscu.

b) Kwas octowy cz., roztwór 30-procentowy.

c) Octan sodowy cz., roztwór 40-procentowy.

d) Sól sodowa kwasu H, roztwór 1-procentowy przygotowany w następujący sposób: 1 g kwasu H (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy) odważyć na szkiełku zegarkowym z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 400 cm³, dodać 80 cm³ wody, 10 cm³ 10-procentowego roztworu węglanu sodowego i uzupełnić wodą do 100 cm³.

e) Węglan sodowy cz., roztwór 10-procentowy.

f) Wskaźnik — papierki uniwersalne i żółcieni brylantowej.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. 20 g pasty zwykłej lub 10 g pasty prasowanej kwasu gamma odważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 200 cm³ wody o temperaturze 50°C oraz roztworu węglanu sodowego do pomarańczowego zabarwienia papierka żółcieni brylantowej. Po rozpuszczeniu badanego produktu roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Następnie pobrać 50 cm³ roztworu, przenieść do grubościennej zlewki pojemności 500 cm³, zobojętnić kwasem octowym do pH = 7 na papierek uniwersalny, dodać 50 cm³ wody, 40 cm³ octanu sodowego oraz 10 cm³ kwasu octowego. Całość ochłodzić lodem do temperatury 5°C i przy intensywnym mieszaniu miareczkować chlorkiem *p*-nitrobenzenodwuazoniowym, dodając roztwór początkowo szybko, a pod koniec wolniej.

Za koniec miareczkowania należy przyjąć moment, w którym badana próbka nie wykazuje reakcji barwnej z chlorkiem *p*-nitrobenzenodwuazoniowym, natomiast daje zabarwienie różowofioletowe z alkalicznym roztworem kwasu H, nie znikające w ciągu 2 ÷ 3 min.

Zawartość kwasu gamma (*X*) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,0239 \cdot V \cdot 100 \cdot 500}{m \cdot 50} \quad (1)$$

w którym:

0,0239 — ilość kwasu gamma odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu chlorku *p*-nitrobenzenodwuazoniowego, g,

V — objętość ściśle 0,1N chlorku *p*-nitrobenzenodwuazoniowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego kwasu gamma, g.

5.4.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5%.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.4.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze węgla sodowego

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Węglan sodowy cz., stały i 10-procentowy roztwór,

b) Wskaźnik — papierki uniwersalne.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. 20 g pasty prasowanej lub 40 g pasty zwykłej odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 500 cm³, dodać 200 cm³ węgla sodowego, ogrzać do temperatury wrzenia, dobrze wymieszać i dodać 100 cm³ wody. Otrzymany roztwór przesączyć na lejku Büchnera przez sączek średniej twardości, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,001 g. Osad na sączku przemyć wodą do zaniku alkalicznego odczynu wobec papierka uniwersalnego, a następnie sączek z osadem wysuszyć do stałej masy w temperaturze 100 ÷ 105°C.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych (X_1) w przeliczeniu na produkt 100-procentowy obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot X} \quad (2)$$

w którym:

m_1 — masa sączka wraz z osadem, g,

m_2 — masa sączka, g,

m — odważka badanego kwasu gamma, g,

X — zawartość kwasu gamma wyliczona wg 5.4.2, %.

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%.

5.4.4. Oznaczanie rozpuszczalności molarnej

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek *p*-nitrobenzenodwuazoniowy, roztwór 0,1N wg 5.4.2.1a),

b) Kwas octowy cz., roztwór 30-procentowy,

c) Kwas solny cz. (1,16),

d) Octan sodowy cz., roztwór 40-procentowy,

e) Sól sodowa kwasu H, roztwór 1-procentowy wg 5.4.2.1d),

f) Wskaźnik — papierki żółcieni brylantowej i uniwersalne.

g) Węglan sodowy.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. 23,93 g kwasu gamma w przeliczeniu na produkt 100-procentowy odważyć z dokładnością do 0,01 g i umieścić w zlewce pojemności 1,5 dm³. Dodać 700 cm³ wody oraz około 7 g stałego węgla sodowego — do pomarańczowego zabarwienia papierka żółcieni brylantowej i ogrzać do wrzenia. Następnie dodać 30 cm³ kwasu solnego i ogrzewać przez 30 min utrzymując temperaturę wrzenia, po czym zawartość zlewki ochłodzić z zewnątrz wodą z lodem do temperatury 20°C. Po ochłodzeniu zawartość zlewki uzupełnić wodą do objętości 1 dm³. Następnie zlewkę umieścić w termostacie, zaopatrzonym w mieszadło i termometr i mieszać przez 4 h utrzymując temperaturę 20°C. Po zakończeniu mieszania roztwór przesączyć na lejku Büchnera przez

sączek jakościowy średniej twardości. 500 cm³ przesącza zebrać do zlewki pojemności 800 cm³ i zobojętnić roztworem węgla sodowego do pH = 7 wobec papierka uniwersalnego. Następnie dodać 40 cm³ octanu sodowego i 10 cm³ kwasu octowego, po czym całość ochłodzić z zewnątrz wodą z lodem do temperatury 5°C i w tej temperaturze miareczkować roztworem chlorku *p*-nitrobenzenodwuazoniowego do uzyskania różowofioletowego zabarwienia na bibule z kroplą alkalicznego roztworu kwasu H.

Rozpuszczalność molarną kwasu gamma (X_2) w przeliczeniu na produkt 100-procentowy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{0,0239 \cdot V \cdot 100 \cdot 1000}{23,93 \cdot 500} \quad (3)$$

w którym:

0,0239 — ilość kwasu gamma odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu chlorku *p*-nitrobenzenodwuazoniowego, g,

V — objętość ściśle 0,1N roztworu chlorku *p*-nitrobenzenodwuazoniowego zużytego do miareczkowania, cm³.

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

5.4.5. Wykonanie wybarwienia

5.4.5.1. Zasada metody polega na wykonaniu wybarwienia barwnikiem otrzymanym z badanego i wzorcowego kwasu gamma i porównaniu uzyskanych odcieni.

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek *p*-nitrobenzenodwuazoniowy, roztwór 0,1N przygotowany wg 5.4.2.1a).

b) Kwas gamma wzorcowy.

c) Kwas octowy cz., roztwór 1-procentowy.

5.4.5.3. Przygotowanie roztworów do barwienia.

Odważyć po 5 g badanego i wzorcowego kwasu gamma (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy), z dokładnością do 0,01 g. Każdą z próbek umieścić w zlewce pojemności 400 cm³ postępując dalej wg 5.4.2.2.

Otrzymane zawiesiny barwników z badanego i wzorcowego kwasu gamma przenieść do dwóch zlewek pojemności 3 dm³ i dodać po 1 dm³ wody. Następnie zawartość zlewek ogrzać do całkowitego rozpuszczenia się barwników, po czym objętość roztworów uzupełnić wodą do takiej ilości aby 1 cm³ 0,1N roztworu chlorku *p*-nitrobenzenodwuazoniowego odpowiadał 100 cm³ roztworu barwnika.

5.4.5.4. Przygotowanie włókna. Do barwienia należy użyć próbek z białej, nieapretowanej przędzy lub tkaniny wełnianej o masie 5 g, zważonych z dokładnością do 0,1 g. Próbki przed barwieniem należy zwilżyć wodą. Dla odróżnienia próbki włókna powinny być znakowane.

5.4.5.5. Wykonanie wybarwienia. Odmierzyć po 50 cm³ roztworu barwników otrzymanych z wzorcowego i badanego kwasu gamma do dwóch zlewek farbiarskich pojemności 500 cm³. Do każdej zlewki dodać po 200 cm³ wody oraz 20 cm³ kwasu octowego. Zawartość

zlewek ogrzać na łaźni wodnej do temperatury $40 \div 60^\circ\text{C}$, po czym wprowadzić zwilżone uprzednio próbki wełny i ogrzewać powoli, ciągle mieszając, do wrzenia przez 30 min. Barwienie prowadzić przez 45 min utrzymując stan wrzenia kąpieli (należy zwrócić uwagę aby w trakcie barwienia próbki znajdowały się pod powierzchnią kąpieli oraz były poddawane przeciągnięciu na pręcikach szklanych). Po zakończeniu barwienia próbki wyjąć z kąpieli, wypłukać kilkakrotnie, początkowo w ciepłej, a następnie w zimnej wodzie po czym wyżąć, wysuszyć w temperaturze nie wyższej niż 60°C i porównać w rozproszonym świetle dziennym.

5.4.5.6. Ocena barwienia. Badany kwas gamma odpowiada wymaganiom normy w zakresie wybarwienia, jeżeli odcień barwy próbek wybarwionych barwnikami otrzymanymi z badanego i wzorcowego kwasu gamma jest praktycznie zgodny.

5.5. Ocena wyników badań. Partię kwasu gamma należy uznać za odpowiadającą wymaganiom normy, jeżeli wyniki badań wg 5.1 są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.6. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii kwasu gamma wytwórca zobowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność parametrów produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca projekt normy — Zakłady Przemysłu Barwników ORGANIKA-BORUTA, Zgierz.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/6021-17

a) obniżono dopuszczalną zawartość substancji nierozpuszczalnych w produkcie zbytowym,

b) pominięto oznaczanie odczynu,

c) wyeliminowano nieprodukowane już gatunki kwasu gamma tj. proszek i pastę prasowaną 40-procentową.

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, czterowieściowe bez skrzydeł, drewniane 800×1200 — EUR

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

PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki
BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie
BN-77/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych.

Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych zgrzewane
Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik Nr 10 do DKP (Dz. T i Z. K. 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. Polski nr 24, poz. 123)

4. Symbol wg SWW — 1243-436.

5. Wzorzec kwasu gamma stanowi zaakceptowana próba ofertowa przechowywana w postaci suchego proszku.

6. Autorzy projektu normy — mgr Danuta Czarnecka i Kazimiera Cinkusz, Zakłady Przemysłu Barwników ORGANIKA-BORUTA w Zgierzu.