

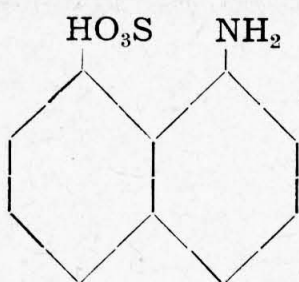
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Półprodukty do barwników	6021-19
	Kwas peri	22
		Grupa katalogowa X 23 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas peri otrzymywany z naftalenu przez sulfonowanie, nitrowanie i redukcję.

Kwas peri ma:

- a) wzór sumaryczny — $C_{10}H_9O_3NS$,
b) wzór budowy



- c) masę cząsteczkową — 223,24,
d) nazwę systematyczną — kwas 1-naftyloaminosulfonowy-8.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kwas peri stosuje się do produkcji barwników kadziowych i półproduktów barwnikarskich.

1.3. Normy i dokumenty związane

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

PN/C-60009 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów półciekłych, mazistych i ciastowatych

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

PN-68/O-79352 Opakowania transportowe drewniane. Beczki i komplety beczkowe do produktów stałych, sypkich i mazistych

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 4 p. 4 DKP.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1243-413.

2. OZNACZENIE

KWAS PERI BN-71/6021-19
SWW 1243-413

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Kwas peri powinien mieć postać pasty lub sprasowanych kawałków łatwo kruszących się w palcach, o zabarwieniu szaroróżowym do szarofioletowego.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne

Wymagania	
a) Części nierozpuszczalnych w amoniaku w przeliczeniu na 100% produkt, %, nie więcej niż	0,5
b) Obcych amin w przeliczeniu na 100% produkt, %, nie więcej niż	1,0
c) Kwasu peri, %, nie mniej niż	60
d) Części sultonu nierozpuszczalnych w toluenie, w przeliczeniu na 100% produkt, %, nie więcej niż	1,0

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas peri należy pakować do beczek drewnianych pojemności 115 dm³ odpowiadających wymaganiom PN-68/O-79352.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwałą napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
b) oznaczenie wg rozdz. 2,
c) numer partii,
d) masę brutto i netto.

Sposób znakowania — wg PN-67/O-79252.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika”
dnia 3 września 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie
produkcji od dnia 1 czerwca 1972 r. (Mon. Pol. nr 53/1971 poz. 348)

4.2. Przechowywanie. Kwas peri w opakowaniach wg 4.1 należy przechowywać w suchych magazynach o podłożu cementowym. Beczki z produktem powinny być ustawione na kratownicy drewnianej. Dopuszcza się składanie beczek z produktem bezpośrednio na podłożu cementowym. Beczki z produktem należy ustawiać jedno- lub dwuwarstwowo.

Kwas peri zapakowany wg 4.1 można przechowywać w nieograniczonym czasie.

4.3. Transport. Kwas peri w opakowaniach wg 4.1 można przewozić środkami transportu zabezpieczającymi produkt przed opadami atmosferycznymi. Transport kolejowy powinien odbywać się zgodnie z § 26 i 76 przepisów o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej, załącznik nr 10 do art. 27 ust. 4p. 4 DKP. Przy ładowaniu należy wykorzystać pełną ładowność wagonu.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii. Partię stanowi do 2 t produktu.

5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać wg PN-67/C-04500. Z każdej partii produktu należy wybrać losowo na ślepo do pobrania próbek następującą liczbę opakowań.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek jednostkowych
do 9	wszystkie
10÷15	9
16÷25	16
26÷63	26

Próbki należy pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60009 ze środka opakowania i z całej grubości warstwy produktu. Średnią próbkę laboratoryjną o masie 200 g przygotować wg PN-67/C-04500. Próbki do analizy rozjemczej przechowywać w ciągu 3 miesięcy od daty wysłania produktu z zakładu produkcyjnego.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie części nierozpuszczalnych w amoniaku

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda amoniakalna cz., roztwór 25-procentowy.

b) Papierki Żółcieni brylantowej.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 20 g kwasu peri z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 1000 cm³, dodać 600 cm³ wody z dodatkiem 25 cm³ wody amoniakalnej i roztwór ogrzewać w temperaturze 50°C do rozpuszczenia

kwasu peri. Po rozpuszczeniu odczyn roztworu powinien być słabo alkaliczny — powinien barwić na różowo papierki Żółcieni brylantowej. W przeciwnym wypadku należy dodać wody amoniakalnej. Następnie roztwór przelać do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³ i uzupełnić wodą do kreski. Otrzymany roztwór przesączyć przez wysuszony do stałej masy w temperaturze 80÷90°C i zważony z dokładnością 0,0002 g miękki sączek ilościowy (roztwór A). Osad na sączku przemyć wodą o temperaturze 50°C do otrzymania bezbarwnego przesączu.

Roztwór z przemycia osadu należy zbierać do oddzielnej zlewki i odrzucić. Natomiast roztwór A należy pozostawić do wykonania oznaczania zawartości amin wg 5.3.2.

Osad z sączkiem wysuszyć do stałej masy w temperaturze 80÷90°C, studzić w ekzykatorze nad chlorkiem wapniowym w ciągu 1 godz i zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Suszenie sączka bez osadu i sączka z osadem wykonywać w naczynku wagowym.

Zawartość części nierozpuszczalnych w amoniaku w przeliczeniu na produkt 100% (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot X_3} = \frac{m_1 \cdot 10000}{m \cdot X_3}$$

w którym:

m₁ — masa osadu, g,

m — odważka kwasu peri, g,

X₃ — procentowa zawartość kwasu peri oznaczona wg 5.3.3.2.

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

5.3.2. Oznaczanie zawartości obcych amin

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz. (1,19).

b) Azotyn sodowy cz., roztwór 1n.

c) Papierki jodoskrobiowe.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 400 cm³ roztworu A z oznaczania wg 5.3.1.2 ogrzać do temperatury 30÷35°C, zakwasić 30 cm³ kwasu solnego i natychmiast miareczkować roztworem azotynu sodowego, dodając od razu około 80% roztworu azotynu potrzebnego do zmiareczkowania. Przy końcu miareczkowania należy dodawać roztwór azotynu sodowego małymi porcjami po 0,5 cm³, a następnie po kilka kropel. Dla określenia potrzebnych 80% roztworu azotynu sodowego należy uprzednio wykonać w tych samych warunkach wstępną próbę miareczkowania roztworu A.

W czasie miareczkowania należy zawartość zlewki intensywnie mieszać utrzymując temperaturę 30÷55°C. Miareczkowanie należy uważać

za zakończone, gdy następna kropla wyjęta cienkim pręcikiem po upływie 2 min zabarwi również papierek jodoskrobiowy na niebiesko.

Roztwór po zakończonym miareczkowaniu powinien wykazywać odczyn kwaśny na papierku Czerwieni Kongo. Roztwór po miareczkowaniu pozostawić do oznaczania wg 5.3.3.2.

Zawartość obcych amin w przeliczeniu na produkt 100% (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{\left(\frac{0,223 \cdot V \cdot 1000 \cdot 100}{m \cdot 400} - X_3 \right) \cdot 100}{X_3} = \frac{5575 \cdot V}{m \cdot X_3} - 100$$

w którym:

- 0,223 — masa kwasu peri odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1n roztworu azotynu sodowego, g,
- V — objętość 1n roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- m — odważka kwasu peri, g,
- X_3 — procentowa zawartość kwasu peri oznaczona wg 5.3.3.2.

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

5.3.3. Oznaczanie zawartości kwasu peri

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz. (1,19).
- b) Azotyn sodowy cz., roztwór 1n.
- c) Papierki jodoskrobiowe.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. Do roztworu otrzymanego wg 5.3.2.2 dodać 3 cm³ azotynu sodowego, roztwór wymieszać i pozostawić na 1 godz. Następnie roztwór ogrzewać powoli do wrzenia, ciągle mieszając. W przypadku silnego pienienia grożącego wykipieniem zbić pianę kroplami wody. Roztwór gotować tak długo, aż przestaną wydobywać się tlenki azotu, a piana całkowicie zniknie. Roztwór nie powinien dawać reakcji na papierku jodoskrobiowym. Po zaprzestaniu pienienia roztwór gotować jeszcze przez 5 min, po czym mieszać przez 20 min. Roztwór dopełnić wodą do 400 cm³ i pozostawić w temperaturze pokojowej na okres 12÷16 godz. Wydzielony osad sultonu przesączyć przez wysuszony do stałej masy w temperaturze 80÷90°C filtr ze spiekanego szkła G3. Po przesączeniu około 200 cm³ roztworu, przesącz przelać do ponownego sączenia. W celu skrócenia czasu sączenia w pierwszej fazie przesączyć zdekantowany roztwór, a następnie resztki osadu w zlewce splukać przesączem. Osad na sączku przemyć 10 razy po 10 cm³ roztworu kwasu solnego (10 cm³ kwasu solnego (1,19) dopełnione

wodą do 100 cm³). Filtr ze spiekanego szkła G3 z osadem suszyć do stałej masy w temperaturze 80÷90°C i studzić w eksykatorze nad chlorkiem wapniowym w ciągu 1 godz.

Zawartość kwasu peri (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{\left(m_3 - \frac{m_3 \cdot m_2}{m_1} \right) \cdot 223 \cdot 1000 \cdot 1,05 \cdot 100}{206 \cdot m \cdot 400} = \frac{284,2 \cdot m_3 (m_1 - m_2)}{m_1 \cdot m}$$

w którym:

- m_3 — masa wysuszonego osadu, g,
- m_2 — masa części sultonu nierozpuszczalnych w toluenie wg 5.3.4.1, g,
- m_1 — odważka wg 5.3.4.1, g,
- 223 — masa cząsteczkowa kwasu peri,
- 1,05 — poprawka na rozpuszczalność sultonu,
- 206 — masa cząsteczkowa sultonu,
- m — odważka kwasu peri wg 5.3.1.2, g.

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

5.3.4. Oznaczanie części sultonu nierozpuszczalnych w toluenie

5.3.4.1. Wykonanie oznaczania. Z otrzymanego wg 5.3.3.2 osadu (sultonu) odważyć około 2 g z dokładnością do 0,0002 g do gilzy ekstrakcyjnej. Gilzę uprzednio ekstrahować tolueniem w aparacie Soxhleta przez 1/2 godz licząc od początku wrzenia toluenu i wysuszyć do stałej masy w temperaturze 100÷105°C. Gilzę z sultonom umieścić w aparacie ekstrakcyjnym Soxhleta z kolbą o pojemności 500 cm³. Gilzę należy umieścić w nasadce ekstrakcyjnej aparatu tak, aby górny jej poziom znajdował się nieznacznie wyżej od poziomu górnego zgięcia rurki lewarującej. Do kolby wlać 150 cm³ toluenu cz. i ogrzewać na łaźni piaskowej do wrzenia. Ekstrakcję sultonu prowadzić przez 8 godz. Gilzę z częściami nierozpuszczalnymi suszyć w temperaturze 100÷105°C w ciągu 4 godz.

Suszenie pustej gilzy i gilzy z osadem wykonywać w naczynku wagowym.

Dopuszcza się stosowanie zamiast gilzy tygla G3.

W przypadku analiz rozjemczych należy stosować gilzy.

Zawartość części sultonu nierozpuszczalnych w toluenie w przeliczeniu na produkt 100% (X_4)

obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{100 \cdot m_1 \cdot 206}{(m - m_1) \cdot 1,05 \cdot 223} = \frac{100 \cdot m_1}{(m - m_1) \cdot 1,134}$$

w którym:

m_1 — masa części sultonu nierozpuszczalnych
w toluenie, g,

206 — masa cząsteczkowa sultonu,

m — odważka sultonu, g,

1,05 — poprawka na rozpuszczalność sultonu,

223 — masa cząsteczkowa kwasu peri.

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

KONIEC

4

EN-71/6021-19 Półprodukty do barwników. Kwas peri

X 21 23

poprawka 1

W punkcie 1.1 d podano: Kwas 1-naftyloaminosulfonowy -8, zamiast: Kwas 1-naftyloamino-8-sulfonowy.

(Biuletyn PKNiM nr 3/73, poz. 31)