

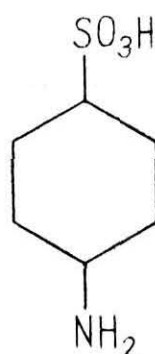
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki	6193-61
	Kwas sulfanilowy	Zamiast BN-64/6191-22
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwas sulfanilowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwas sulfanilowy ma:

- wzór sumaryczny – $C_6H_7NO_3S$
- wzór budowy



- masę cząsteczkową: 173,20,
- inne nazwy: kwas 4-amino-benzenosulfonowy, kwas p-anilinosulfonowy, kwas p-aminobenzenosulfonowy.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki kwasu sulfanilowego oznaczone:

- ch.cz. – chemicznie czysty,
cz.d.a. – czysty do analizy,
cz. – czysty.

2.2. Przykład oznaczenia Kwasu sulfanilowego gatunku cz.d.a.:

KWAS SULFANILOWY cz.d.a. BN-75/6193-61

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas sulfanilowy powinien mieć postać białego bezpostaciowego proszku, słabo rozpuszczalnego w wodzie, trudno rozpuszczalnego w alkoholu, nierozpuszczalnego w eterze.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość kwasu sulfanilowego ($C_6H_7NO_3S$), %, nie mniej niż	99,5	99	98
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego, %, nie więcej niż	0,01	0,01	0,03
c) Pozostałość po prażeniu (jako siarczany), % nie więcej niż	0,01	0,01	0,03
d) Zawartość chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,005
e) Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,005	0,005	0,015
f) Zawartość azotynów (NO_2^-), %, nie więcej niż	0,00005	0,0002	0,0004
g) Zawartość metali ciężkich (Pb^{+2}), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Kwas sulfanilowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001. Rodzaj opakowania wg PN-70/C-80001 p. 3.1.3 lp. 6e) lub lp. 8. Masa opakowań netto: 50, 100, 250, 500, 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w spo-

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE
dnia 21 marca 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 17/1975 poz. 57)

sób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047.

Do badań należy pobierać próbki opakowań jednostkowych wg tablicy.

Liczba opakowań wchodzących w skład partii	Liczba próbek jednostkowych
do 5	4
6 ÷ 10	6
11 ÷ 25	10
26 ÷ 50	14
51 ÷ 100	20
101 ÷ 250	22
251 ÷ 500	24
501 ÷ 1000	25

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 150 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości kwasu sulfanilowego (C₆H₇NO₃S)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a. roztwór 0,1 n.
- Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,3500 g badanego kwasu sulfanilowego rozpuścić w 75 cm³ gorącej wody, następnie ochłodzić i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika.

Zawartość kwasu sulfanilowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01732 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 1,732}{m}$$

w którym:

- V – objętość roztworu wodorotlenku sodowego ściśle 0,1 n, zużyta do miareczkowania, cm³,
- m – odważka kwasu sulfanilowego, g,
- 0,01732 – ilość kwasu sulfanilowego odpowiadająca, 1 cm³ 0,1 n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego. 10,00 g badanego kwasu sulfanilowego rozpuścić w

100 cm³ 5-procentowego roztworu węglanu sodowego cz.d.a. i pozostawić na 1 godz. Następnie roztwór przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G-4, pozostałość na tyglu przemyć zimną wodą, wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość substancji nieropuszczalnych (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{m}$$

w którym:

- m – masa odważki kwasu sulfanilowego, g,
- a – masa wysuszonej pozostałości, g.

5.2.3. Oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu (jako siarczany). 10,00 g badanego kwasu sulfanilowego odparować z 0,5 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) do sucha, następnie wyprażyć do stałej masy.

Zawartość pozostałości po prażeniu (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

- m₁ – masa odważki kwasu sulfanilowego, g,
- a₁ – masa wyprażonej pozostałości, g.

Wyprażoną pozostałość zachować do oznaczania metali ciężkich (Pb²⁺) wg 5.2.7.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04518

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego kwasu sulfanilowego rozpuścić w 50 cm³ wody i gotować w ciągu 1 min. Po ochłodzeniu rozcieńczyć wodą do objętości 100 cm³, dobrze wymieszać i pozostawić w temperaturze około 0°C w ciągu 1 godz. Następnie przesączyć przez sączek przemyty kilkakrotnie gorącym roztworem 1-procentowego kwasu azotowego, po czym pobrać 20 cm³ przesączu (1 g) i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

Badany kwas sulfanilowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po upływie 10 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. 0,01 mg Cl⁻
 - dla odczynnika cz.d.a. 0,01 mg Cl⁻
 - dla odczynnika cz. 0,05 mg Cl⁻
- i te same ilości odczynników.

Przesącz pozostawić do oznaczania zawartości siarczanów.

5.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory – wg PN-68/C-04519.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczenia. Pobrać 20 cm³ przesącza otrzymanego wg p 5.2.4.2. (1 g) i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany kwas sulfanilowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 30 min nie będzie silniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. – 0,05 mg SO₄²⁻

dla odczynnika cz.d.a. – 0,05 mg SO₄²⁻

dla odczynnika cz. – 0,15 mg SO₄²⁻

i te same ilości odczynników.

5.2.6. Oznaczenie zawartości azotynów (NO₂⁻)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Odczynnik Griessa przygotowany wg PN-68/C-06500.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony NO₂⁻ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą 1+99. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg NO₂⁻.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczenia. 1,00 g badanego kwasu sulfanilowego zalać 50 cm³ wody i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej do rozpuszczenia, do gorącego roztworu dodać 1 cm³ odczynnika Griessa i wymieszać.

Badany kwas sulfanilowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowe zabarwienie powstałe w badanym roztworze po upływie 10 min nie bę-

dzie silniejsze niż zabarwienie równocześnie przygotowanego roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. – 0,0005 mg NO₂⁻

dla odczynnika cz.d.a. – 0,002 mg NO₂⁻

dla odczynnika cz. – 0,004 mg NO₂⁻

i te same ilości odczynników.

5.2.7. Oznaczenie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczenia. Pozostałość z oznaczenia wg p. 5.2.3. rozpuścić w 2 cm³ kwasu solnego cz.d.a. (1,12) i odparować do sucha. Następnie rozpuścić w 1 cm³ kwasu solnego cz.d.a. (1,12) w niewielkiej ilości wody, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski, dobrze wymieszać.

20 cm³ roztworu użyć do oznaczania metali ciężkich wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

Badany kwas sulfanilowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego po 10 min nie będzie silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. – 0,02 mg Pb²⁺,

dla odczynnika cz.d.a. – 0,04 mg Pb²⁺,

dla odczynnika cz. – 0,1 mg Pb²⁺,

i te same ilości odczynników.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę – Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-22

a) wprowadzono gatunek ch.cz.,

b) dostosowano badania do Zalecenia Normalizacyjnego PC 3252-71.

Dotychczas obowiązująca BN-64/6191-22 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1976 r.

3. Normy związane

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczenie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczenie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczenie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną.

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

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej,

4. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC 3252-71

Реактивы. Кислота сульфаниловая.