

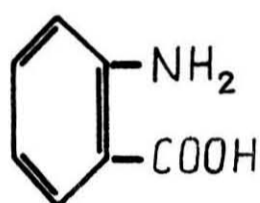
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-85
	Odczynniki Kwas antranilowy	6193-88
		Zamiast PN-55/C-80557
		Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas antranilowy odczynnik otrzymywany z bezwodnika ftalowego w wyniku przegrupowania Hoffmana.

Kwas antranilowy ma:

- a) wzór sumaryczny: $C_7H_7O_2N$,
b) wzór strukturalny



- c) masę molową 137,14 g/mol,
d) nazwę systematyczną kwas orto-aminobenzoowy.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki kwasu antranilowego oznaczone:

- cz.d.a. — czysty do analizy,
— cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu antranilowego czystego do analizy:

KWAS ANTRANILOWY cz.d.a. BN-85/6193-88

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas antranilowy odczynnik powinien mieć postać proszku o barwie od jasnożółtej do jasnobrązowej.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Wilgoci, %(m/m), nie więcej niż	1,0	1,5
b) Kwasu antranilowego w preparacie wysuszonym, %(m/m), nie mniej niż	99,5	99,0
c) Popiołu siarczanowego, %(m/m), nie więcej niż	0,1	0,2
d) Chlorków (Cl^-), %(m/m), nie więcej niż	0,01	0,02
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %(m/m), nie więcej niż	0,01	0,02
f) Ołowiu (Pb^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,001	0,002
g) Żelaza (Fe^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,01	0,02
h) Czulość na Zn^{2+}	wg 5.3.10	wg 5.3.10
i) Czulość jako mikroodczynnik	wg 5.3.11	wg 5.3.11

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie

4.1.1. Opakowanie jednostkowe. Rodzaj opakowania — słoiki ze szkła brunatnego wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętką wg BN-73/6419-02 i zabezpieczone podkładką wg BN-71/6419-03. Masa netto — 100 g.

Po uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazały, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowania.

4.1.2. Opakowania transportowe stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 odporne na uszkodzenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-70/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy 3, odmiany 1.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 18 marca 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1985 poz. 12)

Pojedyncze słoiki w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w skrzynkach w jednej warstwie.

4.1.3. Znakowanie opakowań jednostkowych wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.2.3.

4.1.4. Znakowanie opakowań transportowych wykonać zgodnie z PN-76/O-79252, stosując następujące znaki manipulacyjne:

- p. 2.4.1 i napis „Ostrożnie kruche“,
- p. 2.4.3 i napis „Górami nie przewracać“,
- p. 2.4.4 i napis „Chronić przed nagrzeniem“.

4.1.5. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy przewozić na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby z paletą tworzył zwartą, stabilną jednostkę ładunkową.

4.1.6. Przechowywanie. Kwas antranilowy odczynnik opakowany wg 4.1.1 i 4.1.2 należy przechowywać w pomieszczeniach suchych, przewiewnych i nienasłonecznionych.

Kwas antranilowy odczynnik zachowuje własności użytkowe przez 1 rok.

4.1.7. Transport kwasu antranilowego odczynnika może odbywać się dowolnym krytym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości wilgoci (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości kwasu antranilowego (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości popiołu siarczanowego (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości żelaza (3.2g),
- i) oznaczanie czułości na cynk (3.2h),
- j) oznaczanie czułości jako mikroodczynnika (3.2i).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady zgodne z PN-70/C-80047. Próbki należy pobierać próbnikiem nr 14 ÷ 16 wg PN-74/C-60008. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna być nie mniejsza niż 200 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych wykonać wizualnie.

5.3.2. Oznaczanie zawartości wilgoci. 2,000 ÷ 2,5000 g badanego kwasu antranilowego suszyć w naczynku wagowym w temperaturze 100 ÷ 105°C przez 3 h.

Zawartość wilgoci (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

- m_1 — ubytek masy przy suszeniu, g,
- m — odważka badanego kwasu antranilowego.

5.3.3. Oznaczanie zawartości kwasu antranilowego przez dwuazowanie — metoda miareczkowania potencjometrycznego

5.3.3.1. Wytyczne ogólne. Metoda miareczkowania potencjometrycznego jest metodą główną i arbitrażową. Dopuszcza się stosowanie metody wizualnej z papierkiem jodoskrobiowym.

5.3.3.2. Aparatura i przyrządy

- a) Potencjometr lub pehametr dostosowany do wykonywania miareczkowania potencjometrycznego.
- b) Elektroda platynowa i kalomelowa.
- c) Mieszadło elektromagnetyczne.

5.3.3.3. Odczynniki i roztwory

- a) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór o $c(\text{NaNO}_2) = 0,1000 \text{ mol/l}$.
- b) Bromek potasowy cz.d.a., roztwór 10%(m/m).
- c) Kwas solny cz.d.a., o $d(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$.
- d) Kwas sulfanilowy cz.d.a., wysuszony do stałej masy w temperaturze 140°C.
- e) Papierki wskaźnikowe Kongo.
- f) Woda amoniakalna cz.d.a.

5.3.3.4. Ustalenie stężenia molowego roztworu azotynu sodowego. 0,5000 g kwasu sulfanilowego wysuszonego wg 5.3.3.3d) umieścić w zlewce pojemności 400 ml i rozpuścić w 25 ml wody amoniakalnej. Roztwór zobojętnić kwasem solnym wobec papierka Kongo, a następnie dodać 20 ml nadmiaru kwasu solnego. Objętość roztworu uzupełnić wodą do 200 ml, roztwór oziębić do temperatury 0 ÷ 4°C i dodać 10 ml roztworu bromku potasowego. W zlewce umieścić elektrody platynową i kalomelową podłączone do potencjometru. Po ustaleniu się potencjału należy rozpocząć dodawanie z biurety roztworu azotynu sodowego po 1 ml, w pobliżu punktu równoważnikowego po 0,2 ml lub nawet po 0,1 ml. Miareczkowanie należy prowadzić przy ciągłym mieszaniu. Na podstawie zanotowanych odczytów potencjałów i objętości zużytego roztworu azotynu sodowego należy sporządzić wykres, odkładając na osi rzędnych mV, a na osi odciętych ml. Przez środkowy punkt najbardziej stromego odcinka krzywej miareczkowania przeprowadzić linię pionową. Linia ta wyznacza punkt równoważnikowy. Linia poprowadzona od punktu równoważnikowego do przecięcia się z osią odciętych określa ilość ml roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania.

Stężenie molowe (M) roztworu azotynu sodowego obliczyć wg wzoru

$$M = \frac{m \cdot 1000}{173,2 \cdot V_1} \quad (2)$$

w którym:

- m — odważka kwasu sulfanilowego, g,
- V_1 — objętość roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, ml,
- 173,2 — masa molowa kwasu sulfanilowego, g/mol.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.3.3.5. Wykonanie oznaczania. 0,5000 g badanego kwasu antranilowego wysuszonego wg 5.3.2 umieścić w zlewce pojemności 400 ml, dodać 200 ml wody i ogrzewać do rozpuszczenia się kwasu antranilowego. Po ostudzeniu dodać 15 ml kwasu solnego, oziębic roztwór do temperatury $0 \div 4^{\circ}\text{C}$ i dodać 10 ml roztworu bromku potasowego. W zlewce umieścić elektrody platynową i kalomelową podłączone do potencjometru i dalej wykonać oznaczanie, jak w 5.3.3.4.

Zawartość kwasu antranilowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot 0,01371 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

V_2 — objętość roztworu azotynu sodowego o $c(\text{NaNO}_2) = 0,1000 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,

m — odważka badanego kwasu antranilowego, g,

0,01371 — ilość kwasu antranilowego odpowiadająca 1 ml roztworu azotynu sodowego o $c(\text{NaNO}_2) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości kwasu antranilowego przez dwuazowanie — metodą wizualną z papierkiem jodokrobiowym

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór o $c(\text{NaNO}_2) = 0,500 \text{ mol/l}$ przygotowany wg 5.3.3.4.

b) Kwas solny cz.d.a., o $d(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$.

c) Papierki jodokrobiowe.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 2,0000 g badanego kwasu antranilowego wysuszonego wg 5.3.2 umieścić w zlewce pojemności 1 l i rozpuścić w 300 ml gorącej wody. Dodać 25 ml kwasu solnego i oziębic roztwór do temperatury $0 \div 4^{\circ}\text{C}$. Objętość roztworu uzupełnić wodą do 600 ml i miareczkować roztworem azotynu sodowego do uzyskania wyraźnego i trwałego zabarwienia papierka jodokrobiowego.

Zawartość kwasu antranilowego (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_3 \cdot 0,0685 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

V_3 — objętość roztworu azotynu sodowego o $c(\text{NaNO}_2) = 0,5000 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,

m — odważka badanego kwasu antranilowego, g,

0,0685 — ilość kwasu antranilowego odpowiadająca 1 ml roztworu azotynu sodowego o $c(\text{NaNO}_2) = 0,5000 \text{ mol/l}$, g.

5.3.5. Oznaczanie zawartości popiołu. Odważyć 2,0000 g kwasu antranilowego i wykonać oznaczanie wg PN-78/C-04958 p. 2.3.

Badany kwas antranilowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

— dla odczynnika cz.d.a. — 2 mg,

— dla odczynnika cz. — 4 mg.

Pozostałość po prażeniu należy zachować do oznaczania zawartości ołowiu i żelaza.

5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2,0 g badanego kwasu antranilowego wytrząsać z 80 ml wody i przesączyć. Przesącz należy zachować do dalszych oznaczeń.

Do 20 ml przesączu dodać 1 ml kwasu azotowego i 1 ml roztworu azotanu srebra.

Badany kwas antranilowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zmętnienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu wzorcowego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

— dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Cl^- ,

— dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^-

i te same ilości odczynników.

5.3.7. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. Do 40 ml przesączu wg 5.3.6.2 dodać 1 ml kwasu solnego, 1 ml roztworu chlorku barowego i odstawić na 1 h.

Badany kwas antranilowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zmętnienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu wzorcowego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

— dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg SO_4^{2-} ,

— dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO_4^{2-}

i te same ilości odczynników.

5.3.8. Oznaczanie zawartości ołowiu (Pb^{2+})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-80/C-04515 p. 2.3.2.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. Pozostałości po prażeniu wg 5.3.5 potraktować wg PN-80/C-04515 p. 2.2 od słów „Pozostałość“. Pobrać 15 ml otrzymanego roztworu i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.3.3.

Badany kwas antranilowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu wzorcowego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

— dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Pb^{2+} ,

— dla odczynnika cz. — 0,04 mg Pb^{2+}

i te same ilości odczynników.

5.3.9. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/05 p. 4.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. Do 7,5 ml roztworu wg 5.3.8.2 dodać 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, 5 ml roztworu amoniaku i dokładnie wymieszać.

Badany kwas antranilowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli absorbancja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od absorbancji roztworu wzorcowego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Fe^{3+} ,
 - dla odczynnika cz. — 0,1 mg Fe^{3+}
- i te same ilości odczynników.

5.3.10. Oznaczanie czułości na Zn^{2+}

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 30%(m/m).
- b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.23a).
- c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór o $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 3,0000 g badanego kwasu antranilowego rozpuścić w 22 ml roztworu wodorotlenku sodowego. Dodać roztworu kwasu octowego do otrzymania odczynu słabo kwaśnego wobec papierka uniwersalnego. Przesączyć i uzupełnić wodą do objętości 100 ml (roztwór A). Do 50 ml roztworu wzorcowego dodać 50 ml wody i ciągle mieszając dodać kroplami 10 ml roztworu A. Mieszanie prowadzić przez dalsze 30 min. Następnie roztwór przesączyć.

Badany kwas antranilowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po dodaniu do przesączu następnich 5 ml roztworu A, nie wystąpi zmętnienie w ciągu 30 min.

5.3.11. Oznaczanie czułości jako mikroodczynnika

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór o $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$.
- b) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 30%(m/m).
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} przygotowany w następujący sposób: 5 ml roztworu wzorcowego wg 5.3.10.1c) rozcieńczyć wodą do objętości 500 ml. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego powinien zawierać 0,01 mg Zn^{2+} . Rozcieńczony roztwór wzorcowy nadaje się do użycia w dniu przyrządzenia.

- d) Chlorek amonowy cz.d.a., roztwór 10%(m/m).

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. 0,1000 g badanego kwasu antranilowego rozpuścić w 0,7 ml roztworu wodorotlenku sodowego, dodać 5 ml wody, zakwasić roztworem kwasu octowego do $pH = 5,5 \div 6,5$ i przesączyć. Objętość roztworu uzupełnić do 10 ml (roztwór B). Do 5 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego dodać 0,5 ml roztworu B i 2 ml roztworu chlorku amonowego.

Badany kwas antranilowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli w badanym roztworze wystąpi zmętnienie po 2 h.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ARGON, Łódź.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-55/C-80557

- a) uaktualniono metody badań,
- b) wprowadzono jako metodę główną — metodę dwuazowania potencjometrycznego.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich
- PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną
- PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-81/C-04521/05 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem kwasu sulfosalicylowego
- PN-78/C-04958 Odczynniki. Oznaczanie pozostałości po prażeniu
- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorimetrii i nefelometrii
- PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytkowe czterowijściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200-EUR

PN-70/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na uszkodzenia mechaniczne. Wymagania i badania

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

BN-73/6419-02 Opakowania z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Wymagania i badania

BN-71/6419-03 Opakowania z tworzyw sztucznych. Podkładki

BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCh do odczynników chemicznych

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

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

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24 poz. 123 z 1963 r. i z 1968 r. nr 35, poz. 250)

4. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

5. Autor projektu normy — mgr Barbara Głuszek, Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ARGON, Łódź.