

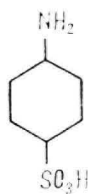
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	<b>BN-73</b>
	<b>Kwas sulfanilowy techniczny</b>	<b>6026-08</b>
		Zamiast BN-63/6026-08
		Grupa katalogowa X 21 <sup>1)</sup>

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest kwas sulfanilowy techniczny, otrzymywany przez sulfonowanie aniliny metodą spiekania, stosowany do produkcji barwników i półproduktów.

Kwas sulfanilowy ma:

- a) wzór sumaryczny  $C_6H_7NSO_3$
- b) wzór budowy



- c) masę cząsteczkową 173.18 (1962 r.)
- d) nazwę systematyczną kwas 1-aminobenzeno-4-sulfonowy.

## 1.2. Normy związane

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

PN C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawalkach

PN-68 M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe drewniane czterowejściowe bez skrzydeł 800×1200

PN-70 N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

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 mazystych

BN-69/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Podział.** W zależności od przeznaczenia różni się dwa rodzaje kwasu sulfanilowego technicznego:

- A — do zbytu,
- B — do zużycia wewnętrznego.

**2.2. Przykład oznaczenia** kwasu sulfanilowego technicznego przeznaczonego do zbytu:

KWAS SULFANILOWY TECHNICZNY A BN-73/6026-08  
SWW: 1242-631

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wygląd zewnętrzny.** Kwas sulfanilowy techniczny powinien być proszkiem barwy szarej.

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

<sup>1)</sup> Symbol wg SWW: 1242-631.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika”  
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika”  
dnia 15 stycznia 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu  
od dnia 1 października 1973 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1973 poz. 36)

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje	
	A	B
1	2	3
a) Kwasu sulfanilowego, %, nie mniej niż	96	94
b) Aniliny, %, nie więcej niż	0,6	1
c) Substancji nierozpuszczalnych w roztworze węgla sodowego, %, nie więcej niż	1,8	2

#### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Kwas sulfanilowy techniczny należy pakować w beczki drewniane wg PN-68/O-79352 pojemności 115 dm<sup>3</sup> wykładane papierem lub w bębny metalowe lekkie wg BN-69/5046-02 pojemności 100 dm<sup>3</sup> zawierające wewnątrz worki igelitowe.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-67/O-79252.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały i czytelny napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- nr partii.

**4.2. Formowanie jednostek ładunkowych.** Beczki z kwasem sulfanilowym technicznym powinny być ustawiane na paletach ładunkowych zgodnie z PN-68/M-78216, po 4 beczki na palecie, nie więcej niż 4 warstwy palet w stosie.

**4.3. Przechowywanie.** Kwas sulfanilowy techniczny opakowany wg 4.1 należy przechowywać w krytych pomieszczeniach magazynowych w czasie nieograniczonym, z zastosowaniem paletyzacji. Opakowania z kwasem sulfanilowym technicznym można również przechowywać bez paletyzacji, ustawiając jednowarstwowo obok siebie.

**4.4. Transport.** Kwas sulfanilowy techniczny należy przewozić krytymi środkami transportu, zabezpieczającymi produkt przed wpływami atmosferycznymi. Środek przewozowy przed załadowaniem należy przygotować usuwając gwoździe, zabezpieczając śruby, haki itp. występujące części, które mogą spowodować uszkodzenie opakowań. Opakowania z kwasem sulfanilowym technicznym należy ustawiać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka przewozowego (wagonu, samochodu). Ewentualne luki zabezpieczyć materiałem wyciółkowym tak, aby stanowiły zwartą całość, zabezpieczoną przed przemieszczaniem się.

W transporcie kolejowym opakowania z kwasem sulfanilowym technicznym należy ładować do granic wykorzystania wagonu wg przepisów kolejowych <sup>1)</sup>.

W transporcie samochodowym opakowania z kwasem sulfanilowym technicznym należy ładować zgodnie z instrukcją o ładowaniu i wyładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep <sup>2)</sup>.

#### 5. BADANIA

##### 5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości kwasu sulfanilowego (3.2 a),
- oznaczanie zawartości aniliny (3.2 b),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze węgla sodowego (3.2 c).

**5.2. Wielkość partii.** Górna granica partii nie powinna przekraczać 2000 kg produktu.

**5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500.

Z przedstawionej do badań partii wylosować na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wylosowanych
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać co najmniej 2 próbki pierwotne. Próbki pierwotne pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60010 z całej grubości warstwy produktu. Masa próbki pierwotnej powinna wynosić nie mniej niż 100 g. Pobrane próbki pierwotne należy zsypać na czyste miejsce zabezpieczone przed zanieczyszczeniem produktu i dokładnie wymieszać. Z otrzymanej w ten sposób ogólnej próbki pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie nie mniejszej niż 200 g.

Produkt stanowiący średnią próbkę laboratoryjną należy umieścić co najmniej w dwóch naczyniach w równych ilościach, wystarczających do przeprowadzenia przewidzianych badań. Nasypywanie produktu należy wykonać małymi porcjami. Porcje należy umieszczać po jednej kolejno w każdym naczyniu, powtarzając w ten sposób te czynności, aż do napełnienia naczyń. Po napełnieniu, naczynia należy tak zabezpieczyć, by była zagwarantowana identyczność próbek.

<sup>1)</sup>, <sup>2)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 2.

Na każdym naczyniu zawierającym średnią próbkę laboratoryjną należy umieścić wyraźny napis zawierający:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie (wg 2.2),
- jednoznaczne określenie partii (nr partii, datę wyprodukowania itp.),
- nazwisko pobierającego próbkę,
- datę i miejsce pobrania próbki.

Jedno naczynie zawierające średnią próbkę laboratoryjną przeznaczyć do analizy kontrolnej, drugie do analizy rozjemczej, przechowując nie krócej niż trzy miesiące.

## 5.4. Opis badań

### 5.4.1. Oznaczanie zawartości kwasu sulfanilowego technicznego

#### 5.4.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- Azotyn sodu cz.d.a., roztwór 1n.
- Węglan sodu cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Papierki wskaźnikowe Kongo, jodoskrobiowe i fenoloftaleinowe.

**5.4.1.2. Wykonanie oznaczania.** 20 g kwasu sulfanilowego technicznego odważyć z dokładnością do 0,01 g na wadze technicznej, przenieść do kolby destylacyjnej, dodać około 150 cm<sup>3</sup> roztworu węglanu sodowego do wyraźnego odczynu alkalicznego na papierku fenoloftaleinowym i destylować z parą wodną. Zebrać 400 cm<sup>3</sup> destylatu do oznaczania aniliny wg 5.4.2.2.

Pozostałość w kolbie destylacyjnej po ostudzeniu do temperatury 20÷30°C przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup> i dopełnić wodą do kreski.

Pobrać próbkę o objętości 250 cm<sup>3</sup>, przenieść do zlewki, zakwasić kwasem solnym do słabo kwaśnej reakcji na papierku Kongo i dodać jeszcze 15 cm<sup>3</sup> kwasu solnego.

Próbę miareczkować azotynem sodowym w temperaturze 10°C do momentu aż roztwór miareczkowany po 5 min od dodania azotynu zabarwi papierek jodoskrobiowy na niebiesko.

Zawartość kwasu sulfanilowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru (1)

$$X = \frac{V \cdot 0,17318 \cdot 1000 \cdot 100}{m \cdot 250} = \frac{V \cdot 17,318 \cdot 4}{m} = \frac{V \cdot 69,272}{m}$$

w którym:

- V — objętość azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,
- m — odważka badanego produktu, g,
- 0,17318 — ilość kwasu sulfanilowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 1n roztworu azotynu sodowego, g.

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

### 5.4.2. Oznaczanie zawartości aniliny

#### 5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- Azotyn sodu cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Papierki wskaźnikowe — jodoskrobiowe.

**5.4.2.2. Wykonanie oznaczania.** 400 cm<sup>3</sup> destylatu uzyskanego przy oznaczaniu wg 5.4.1.2 przenieść do zlewki pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, oziębić lodem do temperatury około 5°C i miareczkować azotynem sodowym do trwałego niebieskiego zabarwienia na papierek jodoskrobiowy.

Zawartość aniliny (X<sub>1</sub>) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0093 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,93}{m} \quad (2)$$

w którym:

- V — objętość azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,
- m — odważka badanego produktu, g,
- 0,0093 — ilość aniliny odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1n roztworu azotynu sodowego, g.

**5.4.2.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, nie różniących się więcej niż o 0,1%.

### 5.4.3. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego

**5.4.3.1. Wykonanie oznaczania.** 10 g kwasu sulfanilowego technicznego odważyć z dokładnością do 0,01 g, wsypać do zlewki, dodać 100 cm<sup>3</sup> wody i 100 cm<sup>3</sup> 10-procentowego roztworu węglanu sodowego cz.d.a., podgrzać do wrzenia i po rozpuszczeniu przesączyć przez ilościowy sączek średniej twardości, uprzednio wysuszony i zważony z dokładnością do 0,001 g na lejku sitowym.

Następnie przemyć ciepłą wodą aż próbka przesączu nie będzie wykazywała reakcji alkalicznej i suszyć w temperaturze 100°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych (X<sub>2</sub>) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

- m<sub>1</sub> — masa sączka z osadem, g,
- m<sub>2</sub> — masa sączka, g,
- m — odważka badanego produktu, g.

**5.4.3.2. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, nie różniących się więcej niż o 0,2<sup>0</sup>/<sub>0</sub>.

**5.5. Zaświadczenie o wynikach badań.** Producent jest obowiązany przedstawić zaświadczenie

o wynikach badań stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

**5.6. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb** dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów należy dokonywać wg PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6026-08

##### 1. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6026-08

- a) wprowadzono dwa rodzaje kwasu sulfanilowego technicznego,
- b) obniżono zawartość aniliny w produkcie przeznaczonym do zbytu,
- c) obniżono zawartość substancji nierozpuszczalnych w roztworze węgla sodowego.

##### 2. Przepisy dotyczące transportu

- a) Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27, ust. 4, pkt 4 DKP).
- b) Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 24 poz. 123).