

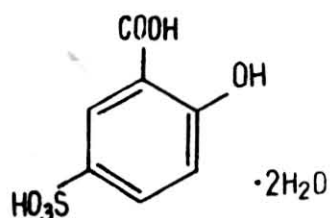
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-84
	Odczynniki	6193-84
	Kwas sulfosalicylowy	Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwas sulfosalicylowy, otrzymywany w wyniku reakcji kwasu siarkowego z kwasem salicylowym, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwas sulfosalicylowy ma:

- wzór sumaryczny $C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$,
- wzór budowy



- masę molową 254,21 g/mol (1961),
- właściwości żrące.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, ustala się dwa gatunki kwasu sulfosalicylowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia kwasu sulfosalicylowego czystego do analizy:

KWAS SULFOSALICYLOWY cz.d.a. BN-84/6193-84

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas sulfosalicylowy odczynnik powinien mieć postać bezbarwnych kryształów lub krystalicznego proszku, bez zapachu i bez zanieczyszczeń mechanicznych.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Kwasu sulfosalicylowego ($C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$), %, nie mniej niż	98,0	96,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Popiołu, %, nie więcej niż	0,02	0,05
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,002	0,005
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,5	1,0
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0001	0,0005
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
h) Kwasu salicylowego, %, nie więcej niż	0,05	0,2
i) Przydatność do oznaczania żelaza	wg 5.3.10	

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie

4.1.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoiki ze szkła oranżowego wg BN-79/6831-13, z nakrętką z tworzywa sztucznego, wyłożoną podkładką polietylenową lub pergaminową. Nakrętki należy dodatkowo zabezpieczyć taśmą samoprzylepną lub termokurczliwą. Masa opakowania netto: 250, 500, 1000 g.

4.1.2. Opakowania transportowe stanowią worki polietylenowe wg BN-77/6414-06, umieszczone w bębnach ze sklejki wg BN-76/7162-02. Masa opakowania netto — 50 kg.

4.1.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.2.3, umieszczając dodatkowo znak niebezpieczeństwa dla substancji żrących wg PN-76/O-79251 p. 2.3.10.

4.1.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.3, umieszczając dodatkowo:

- znak niebezpieczeństwa dla substancji żrących wg PN-76/O-79252 p. 2.3.10,
- klasę niebezpieczeństwa — V.

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo Rozwojowy Przemysłu Barwników ORGANIKA
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 5 stycznia 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1984 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1984 poz. 7)

Znakowanie partii eksportowych powinno być każdorazowo uzgodnione z odbiorcą.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 × 1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Kwas sulfosalicylowy odczynnik opakowany wg PN-70/C-80001 p. 4.1.1 i p. 4.1.2 należy przechowywać w pomieszczeniach suchych, przewiewnych i nienasłonecznionych.

4.4. Transport. Transport kwasu sulfosalicylowego odczynnika powinien się odbywać zgodnie z przepisami dotyczącymi przewozu materiałów niebezpiecznych (klasa V)¹). Przy przewozie kolejną należy ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając produkt przed przemieszczaniem się w czasie transportu, w sposób zgodny z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. W transporcie samochodowym produkt należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu i wyładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości kwasu sulfosalicylowego (3.2.a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości popiołu (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- oznaczanie zawartości kwasu salicylowego (3.2h),
- oznaczanie przydatności do oznaczania żelaza (3.2i).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady zgodne z PN-70/C-80047. Próbkę należy pobierać próbnikiem 14 ÷ 16 wg PN-74/C-60008. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna być nie mniejsza niż 500 g.

Osoba pobierająca próbki pierwotne powinna stosować sprzęt ochrony osobistej — rękawice gumowe i okulary.

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzenie wymagań ogólnych należy wykonać wizualnie.

5.3.2. Oznaczanie zawartości kwasu sulfosalicylowego

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór o $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$.

b) Fenoloftaleina cz.d.a., roztwór alkoholowy 1% (m/m).

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 250 ml umieścić około 0,5000 g badanego

kwasu sulfosalicylowego i rozpuścić w 100 ml wody. Otrzymany roztwór miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny do barwy czerwonej, nie znikającej w ciągu 30 s.

Zawartość kwasu sulfosalicylowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,01271 \cdot 100}{m} - 2,646 \cdot X_2 \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml,

m — odważka badanego kwasu sulfosalicylowego, g,

X_2 — zawartość siarczanów oznaczona wg 5.3.6.2, %,

0,01271 — ilość kwasu sulfosalicylowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g,

2,646 — współczynnik do przeliczania siarczanów na kwas sulfosalicylowy.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.

20,00 g badanego kwasu sulfosalicylowego rozpuścić w 100 ml wody. Otrzymany roztwór przesączyć przez uprzednio wymyty i wysuszony do stałej masy tygiel szklany G4. Pozostałość na tyglu przemyć 100 ml gorącej wody. Tygiel z pozostałością suszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Badany kwas sulfosalicylowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 1 mg,

dla odczynnika cz. — 2 mg.

5.3.4. Oznaczanie zawartości popiołu należy wykonać zgodnie z PN-78/C-04958 p. 2.2, odważając 10,000 g badanego kwasu sulfosalicylowego.

Badany kwas sulfosalicylowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości po prażeniu nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 2 mg,

dla odczynnika cz. — 5 mg.

Pozostałość po prażeniu zachować do oznaczania metali ciężkich.

5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwasu sulfosalicylowego rozpuścić w 50 ml wody, dodać 1 ml roztworu kwasu azotowego, 1 ml roztworu azotanu srebra i dobrze wymieszać.

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

dla odczynnika cz.d.a. — 0,04 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^- ,

¹) Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

1 ml roztworu kwasu azotowego i 1 ml roztworu azotanu srebra.

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

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór 25% (m/m).
- Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10% (m/m).
- Oranż metylowy cz.d.a., roztwór 1% (m/m).

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego kwasu sulfosalicylowego rozpuścić w 100 ml wody, zobjętnić roztworem amoniaku wobec oranżu metylowego, zakwasić 1 ml kwasu solnego i ogrzać do wrzenia. Do gorącego roztworu dodać 5 ml roztworu chlorku barowego i zostawić do ostygnięcia. Wytrącony osad przesączyć przez twardy, bezpopiołowy sączek. Osad przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorowy (Cl^-). Sączek z osadem umieścić w tyglu porcelanowym, uprzednio wyprażonym do stałej masy i suszyć w temperaturze 105°C przez 2 h, po czym próbkę prażyć w temperaturze 800°C do stałej masy.

Zawartość siarczanów (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 0,4115 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

- m — odważka badanego kwasu sulfosalicylowego, g,
- m_1 — masa tygla, g,
- m_2 — masa tygla z wyprażonym osadem, g,
- 0,4115 — współczynnik do przeliczania siarczanu barowego na SO_4^{2-} .

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521.05.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego kwasu sulfosalicylowego umieścić w zlewce pojemności 50 ml i rozpuścić w 20 ml wody. Dalsze oznaczania wykonać wg PN-81/C-04521.05 p. 7.

Badany kwas sulfosalicylowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli barwa roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od barwy roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg Fe^{3+} ,
 - dla odczynnika cz. — 0,025 mg Fe^{3+}
- i te same ilości odczynników.

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

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

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. Do pozostałości z p. 5.3.4 dodać 2 ml 25% (m/m) roztworu kwasu solnego, 1 ml 25% (m/m) roztworu kwasu azotowego, odparować na wrzącej łaźni wodnej do sucha. Pozostałość ostudzić i rozpuścić w 1 cm^3 kwasu solnego. Roztwór przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 50 ml, zobjętnić amoniakiem wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego do $\text{pH} = 7$ i dopełnić objętość roztworu wodą do 30 ml. Dalsze oznaczanie wykonać wg PN-80/C-04515 p. 2.3.3.

Badany kwas sulfosalicylowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości: dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Pb^{2+} , dla odczynnika cz. — 0,05 mg Pb^{2+} i te same ilości odczynników.

5.3.9. Oznaczanie zawartości kwasu salicylowego

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

- Eter etylowy cz.d.a.
- Alkohol etylowy cz.d.a.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$.
- Fenoloftaleina cz.d.a., roztwór alkoholowy 1% (m/m).

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. Około 5,0000 g badanego kwasu sulfosalicylowego, umieścić w rozdzielaczu pojemności 100 ml, dodać 20 ml wody. Do roztworu dodać 20 ml eteru etylowego, energicznie skłócić, a następnie pozostawić na 15 min. Dolną warstwę odrzucić, a górną warstwę eterową przemyć trzykrotnie wodą, porcjami po 20 ml. Przemyty wyciąg eterowy umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml. Rozdzielacz przemyć 5 ml eteru etylowego, dołączając eter do wyciągu eterowego.

Do zebranego wyciągu eterowego dodać 20 ml alkoholu etylowego, uprzednio zobjętnionego roztworu wodorotlenku sodowego, wobec fenoloftaleiny, a następnie miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy na różową.

Zawartość kwasu salicylowego (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{0,01381 \cdot V_2 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

- V_2 — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużyta do miareczkowania badanej próbki, ml,
- m — odważka badanego kwasu sulfosalicylowego, g,
- 0,01381 — ilość kwasu salicylowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g.

5.3.10. Oznaczanie przydatności do oznaczania żelaza

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór 10% (m/m).
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg Fe^{3+} .

Do kolby pomiarowej pojemności 1 l odmierzyć 10 ml roztworu wzorcowego, dopełnić do kreski roztworem kwasu siarkowego o stężeniu $c\left(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0,01 \text{ mol/l}$ i dokładnie wymieszać. 1 mol tak przygotowanego rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć 10 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. 1 ml tak przygotowanego roboczego roztworu wzorcowego zawiera 0,001 mg Fe^{3+} .

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. W dwóch cylindrach pomiarowych pojemności 50 ml, z doszlifowanym korkiem, umieścić po 15 ml wody, 5 ml 10% (m/m) roztworu badanego kwasu sulfosalicylowego i 5 ml roz-

tworu amoniaku. Do pierwszego cylindra dodać 3 ml roboczego roztworu wzorcowego.

Badany kwas sulfosalicylowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w pierwszym cylindrze żółte zabarwienie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu w drugim cylindrze pomiarowym.

5.4. Zaokrąglenie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń wykonać zgodnie z PN-70/N-02120 metoda Z.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN/C-80501

- zmodyfikowano metodę oznaczania kwasu salicylowego,
 - zmieniono przeliczanie zawartości kwasu sulfosalicylowego na preparat dwuwodny,
 - zmodyfikowano metodę oznaczania zawartości metali ciężkich Pb^{2+} ,
 - zmodyfikowano metodę oznaczania zawartości kwasu sulfosalicylowego,
 - zmodyfikowano metodę oznaczania przydatności kwasu sulfosalicylowego do oznaczania żelaza.
- Dotychczas obowiązująca PN/C-80501 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1984 r.

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-78/C-04958 Odczynniki. Oznaczanie pozostałości po prażeniu
- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii 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 Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej
- PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowejściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 -EUR
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-77/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

BN-79/6831-13 Opakowania jednostkowe szklane. Butelki typu POCH do odczynników chemicznych

BN-76/7162-02 Opakowania transportowe drewniane. Bębny ze sklejk

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) obowiązujące od dnia 15 września 1968 r. (Dz. TiZK nr 20 poz. 84 z 1968 r.)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. nr 35 poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971 r.)

Obwieszczenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 1 września 1972 r. w sprawie zatwierdzenia szczegółowych przepisów bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. TiZK nr 26, poz. 115 z 1972 r.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załączniki nr 4 do umowy SMGS (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.)

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik nr 1 do konwencji CIM (Dz. U. nr 21, poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.)

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do DKP (Dz. TiZK z 1968 r. nr 4, poz. 10) wraz z późniejszymi zmianami

Instrukcja o ładowaniu i wyładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 24/1963 r., poz. 123)

4. Symbol wg SWW

- cz.d.a. 1331-111,
- cz. 1331-428.

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