

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	
	Kwas β -hydroksynaftoesowy techniczny	
	BN-75 6026-39	
	Zamiast BN-68/6026-39	
	Grupa katalogowa X 21	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas β -hydroksynaftoesowy techniczny, otrzymywany przez karboksylację β -naftolu.

Kwas β -hydroksynaftoesowy ma:

a) wzór sumaryczny - $C_{14}H_8O_3$

b) wzór budowy - 

c) masę cząsteczkową - 188,184 (1961 r.)

d) nazwę systematyczną - kwas 2-naftolo-3-karboksylowy

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kwas β -hydroksynaftoesowy stosowany jest do produkcji naftoelanów i laków.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od przeznaczenia rozróżnia się dwa gatunki kwasu β -hydroksynaftoesowego:

I extra - do produkcji laków,

I - do produkcji naftoelanów.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu β -hydroksynaftoesowego gatunku I extra:

KWAS β -HYDROKSYNAFTOESOWY I EXTRA BN-75/6026-39

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 2 sierpnia 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 23/1975 poz. 82)

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Kwas β -hydroksynaftoesowy powinien mieć postać proszku o zabarwieniu żółtym.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne - wg tabl.1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I extra	I
a) Zawartość kwasu β -hydroksynaftoesowego, %, nie mniej niż	97,5	96
b) Temperatura początku topnienia, °C, nie niższa niż	219,5	217
c) Zawartość wody, %, nie więcej niż	0,4	0,5
d) Zawartość popiołu, %, nie więcej niż	0,2	0,3
e) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w roztworze węgla sodowego, %, nie więcej niż	0,3	0,4
f) Zawartość β -naftolu, %, nie więcej niż	0,8	1,0

4. PAKOWANIE, PRZECZYSZCZANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas β -hydroksynaftoesowy przeznaczony na rynek krajowy należy pakować w bębny metalowe ocynkowane z obręczami nasadzonymi i z dnem zdejmowanym wg BN-69/5046-03, pojemności 200 dm³.

Produkt przeznaczony na export należy pakować do worków polietylenowych wg BN-70/6414-06, umieszczonych w bębnach metalowych z dnem zdejmowanym wg BN-69/5046-02 pojemności 50 + 100 dm³.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) masę brutto i netto,
- d) numer partii,
- e) datę produkcji.

Znakowanie opakowań należy wykonać zgodnie z PN-67/0-79252.

Znakowanie partii exportowych należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, kwas β -hydroksynaftoesowy w opakowaniach transporto-

wych należy formować w jednostki ładunkowe przy użyciu palet ładunkowych o wymiarach 800 x 1200 mm wg PN-68/M-78218.

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Kwas β -hydroksynaftoesowy opakowany wg 4.1 należy przechowywać w suchych pomieszczeniach magazynowych, chroniąc przed nasłonecznieniem.

Czas przechowywania nie dłuższy niż 12 miesięcy od daty produkcji.

4.4. Transport. Kwas β -hydroksynaftoesowy opakowany wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu, chroniąc produkt przed nasłonecznieniem.

Środek przewozowy przed załadowaniem należy przygotować przez usunięcie gwoździ, zabezpieczenie śrub, haków itp. wystających części, które mogą spowodować uszkodzenie opakowań.

Opakowania z kwasem β -hydroksynaftoesowym należy ustawić ściśle obok siebie na całej powierzchni środka przewozowego (wagonu, samochodu). Ewentualne luki zabezpieczyć materiałem wyściółkowym tak, aby stanowiły zwartą całość, zabezpieczającą towar przed przemieszczaniem się.

W transporcie kolejowym opakowania z kwasem β -hydroksynaftoesowym należy ładować do granic wykorzystania wagonu wg przepisów kolejowych¹⁾.

W transporcie samochodowym opakowania z kwasem β -hydroksynaftoesowym należy ładować zgodnie z instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep¹⁾

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) oznaczanie zawartości kwasu β -hydroksynaftoesowego (3.2a),
- c) oznaczanie temperatury początku topnienia (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości wody (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości popiołu (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze węgla sodowego (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości β -naftolu (3.2f).

¹⁾Patrz Informacje dodatkowe.

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi około 1000 kg produktu.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500.

Z każdej partii produktu w zależności od liczności opakowań należy wybrać w sposób losowy do pobrania próbek liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wylosować do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7

Próbki kwasu β -hydroksynaftoesowego należy pobierać próbnikiem nr 16 wg PN-74/C-60008.

Z każdego wylosowanego opakowania pobrać 3 próbki pierwotne - z wierzchu, ze środka i ze spodu, każdą o masie 100 g.

Pobrane próbki należy umieścić w czystym, suchym naczyniu odpowiedniej wielkości. Otrzymaną w ten sposób próbkę ogólną należy dokładnie wymieszać, po czym pobrać z niej średnią próbkę laboratoryjną o masie 200 g. Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części i umieścić w dwóch naczyniach. Jedną próbkę przeznaczyć do badań kontrolnych, drugą zachować do analizy rozjemczej. Próbkę do analizy rozjemczej przechowywać w ciągu 6 miesięcy.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego wykonać organoleptycznie

5.4.2. Oznaczanie zawartości kwasu β -hydroksynaftoesowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy cz.
- Papierki wskaźnikowe żółcieni brylantowej.
- Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 1 N.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. 5 g kwasu β -hydroksynaftoesowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 250 cm³. Następnie dodać 80 cm³ alkoholu etylowego uprzednio zalkalizowanego wodorotlenkiem sodowym w temperaturze pokojowej, do pomarańczowego zabarwienia papierka żółcieni brylantowej. Całość mia-

reczkować roztworem wodorotlenku sodowego do pomarańczowego zabarwienia papierka żółcieni brylantowej.

Zawartość kwasu β -hydroksynaftoesowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,1882 \cdot V}{m} \cdot 100$$

w którym:

V - objętość ściśle 1 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

m - odważka badanej próbki, g,

0,1882 - liczba gramów kwasu β -hydroksynaftoesowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 1 N roztworu wodorotlenku sodowego.

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

5.4.3. Oznaczanie temperatury początku topnienia wykonać wg PN/C-04513.

5.4.4. Oznaczanie zawartości wody wykonać wg PN-66/C-04523.

5.4.5. Oznaczanie zawartości popiołu

5.4.5.1. Wykonanie oznaczania. W wyprażonym do stałej masy i zważonym tyglu porcelanowym odważyć 2 g kwasu β -hydroksynaftoesowego z dokładnością do 0,0002 g. Tygiel z odważką umieścić na trójkącie porcelanowym i ogrzewać wolno palnikiem - do całkowitego zwęglenia substancji, po czym przenieść do pieca muflowego.

Prażyc w temperaturze 900°C do zaniku zwęglonych substancji, a następnie do stałej masy, po czym przenieść tygiel do eksykatora i po ostudzeniu do temperatury pokojowej zważyć.

Zawartość popiołu (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m_1 - masa popiołu, g,

m - odważka badanej próbki, g.

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

5.4.6. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Węglan sodowy cz., roztwór 10-procentowy.
- b) Wskaźnik - papierki fenoloftaleinowe.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g kwasu β -hydroksynaftoesowego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 500 cm³. Dodać niewielką ilość wody, rozpastować badany produkt, dodać 250 cm³ wody i 50 cm³ roztworu węglanu sodowego.

Całość podgrzać do temperatury 80 ÷ 90°C, po czym przesączyć na gorąco przez miękki sączek ilościowy, na lejku analitycznym i przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na papierze fenoloftaleinowy. Pozostałość na sączku suszyć w temperaturze 80°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- m_1 - masa sączka z osadem, g,
- m_2 - masa sączka, g,
- m - odważka badanego produktu, g.

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

5.4.7. Oznaczanie zawartości β -naftolu

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Adsorbent - płytki szklane o wymiarach 15 X 16 cm pokryte żełazem krzemionkowym Kieselgel G, wysuszone na powietrzu do zmatowienia powierzchni, a następnie aktywowane 15 min w temperaturze 100°C.

b) Eluent - chloroform cz.d.a. nasycony wodą.

c) p-Nitroanilina cz. zdwuazowana, zbuforowana octanem sodowym, 0,002 N roztwór przygotowany w następujący sposób: 1 cm³ 0,2 N chlorowodoru β -nitroaniliny przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać 0,2 cm³ 1 N azotynu sodowego i 20 cm³ 30-procentowego octanu sodowego.

Ochłodzić z zewnątrz lodem i uzupełnić do kreski lodową wodą.

d) Roztwór badany 5-procentowy przygotowany w następujący sposób: 1,25 g badanego kwasu β -hydroksynaftoesowego (w przeliczeniu na pro-

dukt 100-procentowy) odważyć z dokładnością do 0,002 g, rozpuścić w 15 cm³ alkoholu etylowego cz., w razie potrzeby podgrzać lekko do rozpuszczenia się produktu, przenieść ilościowo do kolbki pomiarowej 25 cm³ i uzupełnić do kreski alkoholem etylowym.

e) Roztwór wzorcowy 0,5-procentowy przygotowany w następujący sposób: 0,125 g β -naftolu chromatograficznie czystego (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy) odważyć z dokładnością do 0,002 g, rozpuścić w 10 cm³ alkoholu etylowego, przenieść ilościowo do kolbki pomiarowej pojemności 25 cm³ i uzupełnić do kreski alkoholem etylowym.

Z przygotowanego wyżej roztworu odmierzyć do kolbek pomiarowych pojemności 25 cm³ kolejno: 0,5 cm³; 1,0 cm³; 1,5 cm³; 2,0 cm³; 2,5 cm³; 3,0 cm³; 3,5 cm³; i uzupełnić do kreski alkoholem etylowym. W ten sposób przygotowane roztwory odpowiadają zawartości: 0,2%; 0,4%; 0,6%; 0,8%; 1,0%; 1,2%; i 1,4% β -naftolu w badanym kwasie β -hydroksynaftoesowym.

Trwałość roztworu dwa tygodnie.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Na płytkę szklaną pokrytą żelem nanieść, na wysokości 2 cm od dolnej krawędzi płytki, po 0,005 cm³ roztworu badanego oraz roztworów wzorcowych. Odległość między naniesionymi roztworami powinna wynosić 2 cm.

Płytkę umieścić na 10 min w komorze chromatograficznej nasyconej parami chloroformu, w celu kondycjonowania, a następnie zanurzyć do eluentu na wysokość 0,7 cm.

Chromatogram rozwijać w temperaturze pokojowej do chwili, gdy czoło rozpuszczalnika osiągnie wysokość 12 cm (1 h), po czym chromatogram wyjąć, wysuszyć i spryskać zdwuazowaną p-nitroaniliną, ponownie wysuszyć i ocenić wzrokowo, porównując badane plamy w kwasie β -hydroksynaftoesowym z plamami skali wzorcowej.

Porównanie przeprowadzić nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb. Przy zaokrąglaniu i zapisywaniu liczb należy stosować zasady wg PN-70/N-02120 metoda Z.

5.6. Ocena partii. Partię kwasu β -hydroksynaftoesowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.1 są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii produktu wytwórca obowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Przemysłu Barwników BORUTA w Zgierzu.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-68/6026-39

- a) zmieniono metodę oznaczania zawartości β -naftolu w kwasie β -hydroksynaftoesowym,
- b) podwyższono zawartość kwasu β -hydroksynaftoesowego gatunku I extra,
- c) powołano obowiązujące przepisy dotyczące transportu.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych

PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

PN-74/C-60308 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-68/M-78218 Palety ładunkowe płaskie drewniane dwujęściowe bez skrzydeł 800 X 1200 i 1000 X 1200

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-68/N-02310 Iluminanty i źródła sztucznego światła dziennego

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

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

BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi

BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych.

Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27, ust. 4, pkt. 4 DMP)

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

4. Norma zagraniczna

ZSRR ГОСТ 9251-70 Кислота 2-оксн-3-нафтаиная толиическая

5. Autorzy projektu normy - inż. Wiesława Majewska, Kazimiera Cinkusz ZPB Boruta.