

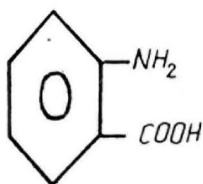
PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-81
	Kwas antranilowy techniczny	6026-11
		Zamiast BN-64/6026-11
		Grupa katalogowa 1021

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas antranilowy techniczny otrzymywany z bezwodnika kwasu ftalowego w wyniku przegrupowania Hofmanna.

Kwas antranilowy ma:

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



- c) masę cząsteczkową: 137,13 (1961 r.),
d) nazwę systematyczną: kwas orto-aminobenzoesowy.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kwas antranilowy techniczny stosowany jest do produkcji barwników oraz środków zapachowych i farmaceutycznych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości kwasu antranilowego rozróżnia się dwa gatunki kwasu antranilowego technicznego oznaczone literami A i B.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu antranilowego technicznego gatunku A:

KWAS ANTRANILOWY TECHNICZNY A BN-81/6026-11

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas antranilowy techniczny powinien mieć postać proszku o barwie jasnożółtej do jasnobrażowej.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki	
	A	B
a) Kwasu antranilowego, %, nie mniej niż	99,3	97,0
b) Początek temperatury topnienia, °C, nie mniej niż	145	145
c) Części nierozpuszczalnych w roztworze węgla sodowego, %, nie więcej niż	0,2	0,3

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas antranilowy techniczny należy pakować do worków polietylenowych wg BN-77/6414-06 umieszczonych w workach polipropylenowych wg BN-75/7671-03 w ilości nie większej niż 50 kg netto. Znakowanie opakowań należy wykonać zgodnie z PN-78/O-79252 w sposób widoczny, umieszczając na każdym worku trwały napis, bądź wywieszkę zawierającą co najmniej:

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

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-75/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Kwas antranilowy techniczny opakowany zgodnie z 4.1 należy przechowywać w pomieszczeniach suchych, przewiewnych i nienasłonecznionych.

Kwas antranilowy techniczny zachowuje własności użytkowe przez 12 miesięcy od daty produkcji.

4.4. Transport. Transport kwasu antranilowego technicznego powinien odbywać się krytymi środkami transportu. Przy przewozie koleją należy produkt ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając równocześnie przed przemieszczaniem się w czasie transportu, w sposób zgodny z przepisami o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych¹⁾.

W transporcie samochodowym należy produkt ładować zgodnie z instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep²⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
b) oznaczanie zawartości kwasu antranilowego (3.2a),
c) oznaczanie początku temperatury topnienia (3.2b),

¹⁾, ²⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 24 stycznia 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1981 poz. 36)

d) oznaczanie zawartości części nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego (3.2c).

5.2. Wielkość partii. Partię kwasu antranilowego technicznego stanowi najwyżej 600 kg.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej — wg PN-67/C-04500. Z każdego opakowania należy pobrać próbnikiem 14 ÷ 16 próbek wg PN-74/C-60008, aby po sporządzeniu próbki ogólnej i wymieszaniu jej można było sporządzić średnią próbkę laboratoryjną o masie 500 g. Próbkę tę podzielić na dwie równe części. Jedną przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analiz rozjemczych, w warunkach zabezpieczających produkt przed zmianą własności fizycznych i chemicznych — przez okres 3 miesięcy w przypadku odbiorcy krajowego i 6 miesięcy w przypadku przesyłek kierowanych na eksport.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych należy wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości kwasu antranilowego metodą dwuazowania potencjometrycznego

5.4.2.1. Wytyczne ogólne. Metoda potencjometrycznego dwuazowania jest metodą główną i arbitrażową. Dopuszcza się stosowanie metody dwuazowania.

5.4.2.2. Odczynniki i roztwory

- Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.
- Bromek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Kwas solny cz.d.a., (1,18).
- Kwas sulfanilowy cz.d.a., wysuszony do stałej masy w temperaturze 140°C.

e) Woda amoniakalna cz.d.a.

f) Papierki wskaźnikowe Kongo.

5.4.2.3. Aparaty i przyrządy

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

5.4.2.4. Ustalanie normalności roztworu azotynu sodowego. 0,5000 g kwasu sulfanilowego wysuszonego wg 5.4.2.2d) umieścić w zlewce pojemności 400 cm³ i rozpuścić w 25 cm³ wody amoniakalnej. Roztwór zobojętnić kwasem solnym wobec papierka Kongo, a następnie dodać 20 cm³ nadmiaru kwasu solnego. Objętość roztworu uzupełnić wodą do 200 cm³, roztwór oziębć do temperatury 0 ÷ 4°C i dodać 10 cm³ roztworu bromku potasowego. W zlewce umieścić elektrodę platynową i kalomelową podłączone do potencjometru.

Po ustaleniu się potencjału należy rozpocząć do-dawanie z biurety roztworu azotynu sodowego po 1 cm³ zaś w pobliżu punktu równoważnikowego po 0,2 cm³ lub nawet 0,1 cm³. 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 cm³.

Przez środkowy punkt najbardziej stromego odcinka krzywej miareczkowania przeprowadzić linię pionową. Linia ta wyznacza punkt równoważnikowy. Linia po-

prowadzona od punktu równoważnikowego do przecięcia z osią odciętych określa ilość cm³ roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania.

Normalność (N) roztworu azotynu sodowego obliczyć wg wzoru

$$N = \frac{m_1 \cdot 1000}{173,2 \cdot V_1} \quad (1)$$

w którym:

m_1 — odważka kwasu sulfanilowego, g,

173,2 — gramorównoważnik kwasu sulfanilowego, g,

V_1 — objętość roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³.

5.4.2.5. Wykonanie oznaczania. 0,5000 g badanego kwasu antranilowego umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 200 cm³ wody i ogrzewać do rozpuszczenia się kwasu antranilowego. Po ostudzeniu dodać 15 cm³ kwasu solnego, oziębć roztwór do temperatury 0 ÷ 4°C i dodać 10 cm³ roztworu bromku potasowego.

W zlewce umieścić elektrodę platynową i kalomelową podłączone do potencjometru i dalsze oznaczanie wykonać jak w pkt. 5.4.2.4.

Zawartość kwasu antranilowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_2 \cdot 0,01371 \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

V_2 — objętość ściśle 0,1N roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,01371 — ilość kwasu antranilowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu azotynu sodowego, g,

m_2 — odważka badanego kwasu antranilowego, g.

5.4.2.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2%.

5.4.3. Oznaczanie zawartości kwasu antranilowego metodą dwuazowania

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 1N.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 4-procentowy.
- Kwas solny (1,18).
- Papierki jodokrobieowe.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. 5,0000 g badanego kwasu antranilowego umieścić w zlewce pojemności 1 dm³ i rozpuścić w 300 cm³ gorącej wody. Dodać 50 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i oziębć roztwór do temperatury 0°C. Objętość roztworu uzupełnić wodą do 600 cm³, dodać 25 cm³ kwasu solnego i miareczkować roztworem azotynu sodowego do uży-

skania wyraźnego i trwałego zabarwienia papierka jodskrobiowego.

Zawartość kwasu antranilowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_3 \cdot 0,1371 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

V_3 — objętość ściśle 1N roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

0,1371 — ilość kwasu antranilowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 1N roztworu azotynu sodowego, g,

m_3 — odważka badanego kwasu antranilowego, g.

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

5.4.4. Oznaczanie początku temperatury topnienia kwasu antranilowego należy wykonać w aparacie elektrycznym typu Boëtius. Dopuszcza się oznaczanie początku temperatury topnienia wg PN-76/C-04513.

5.4.5. Oznaczanie zawartości części nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Węglan sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego kwasu antranilowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, roz-

puścić w 50 cm^3 roztworu węglanu sodowego, po czym dodać 100 cm^3 gorącej wody i mieszać do rozpuszczenia, następnie przesączyć przez sączek szklany G4 wysuszony do stałej masy w temperaturze 105°C. Pozostałość na sączku przemyć wodą do zaniku odczynu alkalicznego na papierku lakmusowym. Tygiel G4 suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość części nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego (X_3) obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_4 \cdot 100}{m_5} \quad (4)$$

w którym:

m_4 — masa wysuszonej pozostałości, g,

m_5 — odważka badanego kwasu antranilowego, g.

5.4.5.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2%.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczania należy wykonać zgodnie z PN-70/N-02120 metoda Z.

5.6. Ocena wyników badań. Partię kwasu antranilowego technicznego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań są zgodne z wymaganiami wg 3.

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

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6026-11

a) wprowadzono nowy gatunek A kwasu antranilowego o wyższych parametrach, zrezygnowano z pasty oraz proszku 85-procentowego,

b) wyeliminowano wymaganie oraz metodę oznaczania kwasu ftalowego,

c) obok opisanej w nowelizowanej normie metody dwuazowania wprowadzono jako oznaczanie głównie metodę dwuazowania potencjometrycznego.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-76/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych w kapilarze

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200-EUR

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

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-75/7671-03 Worki tkane z folii poliolefinowych

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 Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 23 poz. 123)

4. Symbol wg SWW — 1242-511.

5. Autor projektu normy — mgr Barbara Głuszek — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ARGON w Łodzi.