

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-72 6021-22
	Półprodukty do barwników	
	Kwas bromoaminowy	Grupa katalogowa X 22 ¹⁾

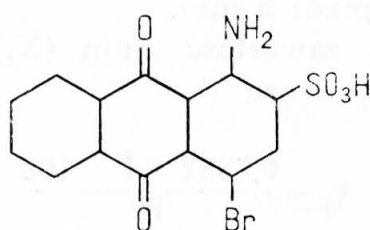
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas bromoaminowy otrzymywany przez sulfonowanie i bromowanie 1-aminoantrachinonu. Kwas bromoaminowy stosuje się jako półprodukt w przemyśle barwnikarskim.

Kwas bromoaminowy jest to kwas 1-amino-4-bromo-2-antrachinonosulfonowy i ma:

a) wzór sumaryczny $C_{14}H_8NO_5SBr$

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową:

— soli sodowej kwasu bromoaminowego
404,183 (1961 r.),

— wolnego kwasu bromoaminowego
382,194 (1961 r.).

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 kawałkach

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

PN-65/O-79030 Opakowania transportowe. Bębny drewniane i tekturowe. Szereg wymiarowy

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

2. OZNACZENIE

KWAS BROMOAMINOWY BN-72/6021-22
SWW 1243-581

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Kwas bromoaminowy powinien mieć postać grudek łatwo rozkruszających się o zabarwieniu pomarańczowym do brunatnego.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	
a) Kwasu bromoaminowego, %, nie mniej niż	80
b) Kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego, %, nie więcej niż	5
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	1,0

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas bromoaminowy w ilości 30÷40 kg należy pakować w worki z folii polichlorowinyłowej o przekroju kwadratowym, o wymiarach 487×1050×487 mm lub 340×1050×340 mm, albo w worki z folii polietylenowej o wymiarach 585×1050 mm umieszczonych w bębnach ze sklejkii o wymiarach wg PN-65/O-79030. Dopuszcza się pakowanie kwasu bromoaminowego w worki o innych zbliżonych wymiarach. Worki zawiązywać sznurkiem.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

¹⁾ Symbol wg SWW: 1243-581.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika”

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika” dnia 2 września 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1973 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 26/1972, poz. 58)

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2,
- c) masę brutto i netto,
- d) nr partii,
- e) nr opakowania w partii.

Znakowanie opakowań wg PN-67/O-79252.

4.2. Przechowywanie. Kwas bromoaminowy należy przechowywać w opakowaniu wg 4.1 w magazynach suchych i przewiewnych. Kwas bromoaminowy przechowywany w opakowaniu wg 4.1 w podanych warunkach można przechowywać w praktycznie nieograniczonym czasie.

4.3. Transport. Kwas bromoaminowy można przewozić w opakowaniu wg 4.1 wszystkimi środkami transportowymi zabezpieczającymi przed opadami atmosferycznymi. Kwas bromoaminowy w opakowaniu wg 4.1 należy ładować do granic wykorzystania środka transportowego. W transporcie kolejowym należy przestrzegać aktualnych przepisów o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii. Partię stanowi najwyżej 1000 kg produktu.

5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać wg PN-67/C-04500.

Z partii produktu należy wybrać losowo do pobrania próbek następującą liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 15	9
16 ÷ 25	13
26 ÷ 63	20

Próbki należy pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60010 z całej warstwy produktu.

Średnią próbkę laboratoryjną w ilości 100 g rozetrzeć w porcelanowym moździerzu, a następnie umieścić w dwóch słoikach zamkniętych doszlifowanymi korkami. Jeden słoik z próbką laboratoryjną należy przechowywać w ciągu trzech miesięcy do ewentualnej analizy rozjemczej.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości kwasu bromoaminowego

5.3.1.1. Zasada oznaczania polega na określeniu sumarycznej zawartości amin przez dwuazowanie.

Z różnicy sumarycznej zawartości amin i zawartości kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego oblicza się zawartość kwasu bromoaminowego.

5.3.1.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz. (1,83).
- b) Metaksylenosulfonian sodowy, roztwór 40-procentowy.
- c) Bromek potasowy, cz., roztwór 10-procentowy.
- d) Azotyn sodowy, cz., roztwór 0,1n.

5.3.1.3. Wykonanie oznaczania. 0,5 g kwasu bromoaminowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g i umieścić w zlewce pojemności 200 cm³, dodać 10 cm³ kwasu siarkowego i ogrzać na łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia próbki. Następnie intensywnie mieszając dodać kroplami 100 cm³ metaksylenosulfonianu sodowego i 30 cm³ roztworu bromku potasowego. Całość schłodzić do temperatury 20°C i miareczkować azotynem sodowym do słabo niebieskiego zabarwienia papierka jodokrobiowego. Zabarwienie powinno utrzymać się przez 5 min.

Sumaryczną zawartość amin (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,0382 \cdot V \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1n roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,0382 — masa kwasu bromoaminowego, odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu azotynu sodowego, g,

m — masa odważki kwasu bromoaminowego, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 1,5%.

5.3.1.4. Obliczanie zawartości kwasu bromoaminowego. Zawartość kwasu bromoaminowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = X_1 - X_3$$

w którym:

X_1 — zawartość amin (wg 5.3.1.3), %,

X_3 — zawartość kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego (wg 5.3.2), %,

5.3.2. Oznaczanie zawartości kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Rozpuszczalnik A: mieszanina pirydyny cz.d.a. i wody w stosunku objętościowym 1:1.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

b) Rozpuszczalnik B: mieszanina alkoholu *n*-butylowego I-rzędowego cz.d.a., czystego chromatograficznie kwasu octowego lodowatego cz.d.a. i wody w stosunku objętościowym 4 : 1 : 5.

c) Bibuła chromatograficzna Whatman nr 3.

d) Kwas bromoaminowy, roztwór 2-procentowy, przygotowany w sposób następujący: 2 g badanego produktu odważyć z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 100 cm³, dodać 50 cm³ roztworu A i mieszać do rozpuszczenia, podgrzewając na łaźni wodnej (temperatura 60÷70°C). Po rozpuszczeniu przelać do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić roztworem A do kreski.

e) Kwas 1-aminoantrachinono-2-sulfonowy czysty chromatograficznie — roztwory wzorcowe. Przygotować roztwór 2-procentowy kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego w taki sposób, jak sporządzono roztwór kwasu bromoaminowego wg d). Z tak przygotowanego roztworu odmierzyć pipetą (z podziałką o działce elementarnej 0,1 cm³) 1; 2; 3; 4 i 5 cm³ do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³, uzupełnić do kreski rozpuszczalnikiem A i dobrze wymieszać.

Otrzymane roztwory będą odpowiadały zawartości: 1; 2; 3; 4; 5% kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego w badanym kwasie bromoaminowym.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. Na dnie komory chromatograficznej zaopatrzonej w stojak do zawieszania bibuły umieścić naczynie zawierające rozpuszczalnik B. Dno komory również wypełnić rozpuszczalnikiem B. Następnie roztwory wzorcowe wg 5.3.2.1 e) i roztwór kwasu bromoaminowego wg 5.3.2.1 d) nanieść mikropipetą w ilościach po 0,005 cm³ na bibułę chromatograficzną Whatman nr 3. Krople nanieść na jednej linii poziomej w odległości 2 cm od dolnego brzegu bibuły i 2 cm od siebie. Po naniesieniu roztworów bibułę wysuszyć.

Dolny brzeg bibuły zanurzyć w rozpuszczalniku B tak, aby naniesione plamy znajdowały się 1 cm nad jego poziomem. Chromatografowanie prowadzić 10÷12 godz w temperaturze pokojowej. Następnie chromatogram wyjąć i wysuszyć na powietrzu. Porównać natężenie dolnej plamy z roztworu badanego z szeregiem plam wzorcowych. Porównania dokonać nieuzbrojonym okiem

w rozproszonym świetle dziennym. Oceny dokonać przez znalezienie plamy roztworu wzorcowego odpowiadającej pod względem wielkości i intensywności zabarwienia plamie z roztworu badanego.

Procentową zawartość kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego (X₃) w badanym kwasie bromoaminowym odczytać z roztworów wzorcowych wg 5.3.2.1 e).

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 10 g kwasu bromoaminowego odważyć z dokładnością 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 750 cm³ i dodać 500 cm³ wody o temperaturze 60÷70°C. Roztwór ogrzać do wrzenia i utrzymywać we wrzeniu 5 min, mieszając próbę przez cały czas ogrzewania. Gorący roztwór przesączyć pod zmniejszonym ciśnieniem na lejku Büchnera przez miękki sączek ilościowy typu VEB 388, wysuszony uprzednio do stałej masy w temperaturze 100÷105°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

W celu uniknięcia przerwania sączka zaleca się stosowanie podkładek płóciennych. Osad przemyć gorącą wodą, aż przesącz stanie się bezbarwny. Sączek z osadem wysuszyć do stałej masy w temperaturze 100÷105°C.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X₄) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m_1 - m) \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

m — masa sączka, g,

*m*₁ — masa sączka z osadem, g,

*m*₂ — masa odważki badanego kwasu bromoaminowego, g.

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

5.4. Zaświadczenie o wynikach badań. Producent jest obowiązany przedstawić zaświadczenie o wynikach przeprowadzonych badań dla każdej partii produktu. Interpretacja wyników powinna być zgodna z PN-70/N-02120.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6021-22

Przepisy obowiązujące w komunikacji wewnętrznej. Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (Do art. 27 ust. 4 pkt 4 DKP).