

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki	6193-62
	Kwas benzoesowy	Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwas benzoesowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Kwas benzoesowy ma:

- a) wzór chemiczny - C_6H_5COOH
b) wzór budowy -  $COOH$
c) masę cząsteczkową - 122,12

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki kwasu benzoesowego oznaczone:

- ch.cz. - chemicznie czysty,
cz.d.a. - czysty do analiz,
cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu benzoesowego chemicznie czystego:

KWAS BENZOESOWY ch.cz. BN-75/6193-62

3. WYMAGANIA

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Wygląd	białe, krystaliczne igły lub płatki, bez zanieczyszczeń mechanicznych		
b) Zawartość kwasu benzoesowego (C_6H_5COOH), %, nie mniej niż	99,9	99,5	99,0
c) temperatura topnienia, °C, w granicach	121÷123	121÷122	121÷123
d) pozostałość po praniu, w postaci siarczanów, %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,03
e) chlorków (Cl^{1-}), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,005
f) siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,003	0,003	0,005
g) żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0004	0,0004	0,0008
h) metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,002

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
i) substancji redukujących w przeliczeniu na O_2 , %, nie więcej niż	0,008	0,008	0,016
j) rozpuszczalność w roztworze amoniaku	według p.5.2.9		
k) substancji ciemniejących od kwasu siarkowego	nie zawiera wg p. 5.2.10		

4. PAKOWANIE, PRZECHEWYWANIE I TRANSPORT

Kwas benzoesowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową lub pergaminową. Masa opakowań netto: 250, 500, 1 000 g.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowania pod warunkiem, że zabezpieczy ono produkt w stopniu co najmniej równym, jak wyżej wymienione opakowania i będzie miało wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

Pakowanie i znakowanie produktu przeznaczonego na eksport należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Probki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Ogólna masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 200 g. Próbkę do analizy rozjemczej przechowywać w ciągu 3 miesięcy.

5.2. Rodzaje i opis badań**5.2.1. Oznaczanie zawartości kwasu benzoesowego****5.2.1.1. Odczynniki i roztwory**

- a) Wodorotlenek sodu cz.d.a. roztwór 0,1n.
b) Alkohol etylowy 96-procentowy.
c) Fenoloftaleina roztwór 1-procentowy w alkoholu etylowym.

Zgłoszona przez Centralny Związek Spółdzielczości Pracy
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 1 lutego 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1975 poz. 68)

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,4000 g badanego kwasu benzoowego rozpuścić w 30 cm³, uprzednio zobojętnionego wobec fenoloftaleiny, alkoholu etylowego i miareczkować 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego do zmiany barwy na różową.

Zawartość kwasu benzoowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,0122 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do miareczkowania, cm³,

0,0122 - ilość kwasu benzoowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g,

m - odważka badanego kwasu benzoowego, g.

5.2.2. Oznaczanie granic temperatury topnienia - wg PN/C-04513.

5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu w postaci siarczanów

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory. Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 20,00 g badanego kwasu benzoowego umieścić w wyprażonym uprzednio do stałej masy tyglu porcelanowym, a następnie ogrzewać ostrożnie pod wyciągiem na łaźni piaskowej do momentu zaprzestania wydzielania się oparów. Zawartość oziębionego tygla zwilżyć 1 cm³ kwasu siarkowego i ponownie ogrzewać na łaźni piaskowej do zaprzestania wydzielania się dymów, po czym tygiel wyprażyć w piecu mufowym o temperaturze 600 ÷ 700°C do stałej masy.

Badany kwas benzoowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika ch.cz. - 1 mg,

dla odczynnika cz.d.a. - 2 mg,

dla odczynnika cz. - 6 mg.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl¹⁻)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04518.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 2,50 g badanego kwasu benzoowego wymieszać z 50 cm³ wody i zagotować. Po ostudzeniu roztwór przesączyć do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ przez sączek uprzednio przemyty gorącą wodą. Osad przemyć i uzupełnić wodą pojemność roztworu do 100 cm³. Pobrać 40 cm³ otrzymanego roztworu i wykonać dalsze oznaczanie wg PN-68/C-04518 p.2.4.

Badany kwas benzoowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 20 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg Cl¹⁻,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg Cl¹⁻,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl¹⁻
i te same ilości odczynników.

5.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,50 g badanego kwasu benzoowego wymieszać z 50 cm³ wody, 5 cm³ kwasu solnego 10-procentowego zagotować i ostudzić. Roztwór przesączyć przez sączek przemyty wodą do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Osad przemyć wodą, połączone przesącze uzupełnić do 100 cm³ i wymieszać. Pobrać 20 cm³ roztworu, dodać 5 cm³ wody i wykonać dalsze oznaczanie wg PN-68/C-04519 p.2.4.4.

Badany kwas benzoowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 15 min zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,015 mg SO₄²⁻,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,015 mg SO₄²⁻,

dla odczynnika cz. - 0,025 mg SO₄²⁻

i te same ilości odczynników.

5.2.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. Pozostałość po prażeniu otrzymaną w p.5.2.3.2 rozpuścić, jednocześnie ogrzewając, w mieszaninie 2 cm³ kwasu solnego i 1 cm³ kwasu azotowego, następnie odparować do sucha na łaźni wodnej. Suchą pozostałość rozpuścić w 2 cm³ roztworu kwasu solnego i 20 cm³ wody. Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski, wymieszać (roztwór A). Pobrać 2,5 cm³ roztworu A do zlewki pojemności 50 cm³ dodać 20 cm³ wody i wykonać dalsze oznaczanie zgodnie z PN-68/C-04521 p.2.5.4.2.

Badany kwas benzoowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 5 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od barwy roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,002 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,002 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz. - 0,004 mg Fe³⁺

i te same ilości odczynników.

5.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Winian potasowy cz.d.a. roztwór 20-procentowy.

b) Wodorotlenek potasowy cz.d.a. roztwór 10-procentowy.

c) Tioacetamid, roztwór 2-procentowy trwały przez 3 dni.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb²⁺, przy-

gotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb²⁺.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Do 10 cm³ roztworu A, otrzymanego w p.5.2.6.2, dodać 20 cm³ wody i mieszając dodawać kolejno: 0,5 cm³ roztworu winianu potasowego, 2 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego oraz 1,5 cm³ roztworu tioacetamidu.

Badany kwas benzoowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg Pb²⁺,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Pb²⁺,
- dla odczynnika cz. - 0,04 mg Pb²⁺

i te same ilości odczynników.

5.2.8. Oznaczanie substancji redukujących w przeliczeniu na tlen

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. roztwór 15-procentowy.
 - b) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- 1 cm³ 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego odpowiada 0,0008 g O₂.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. Do 100 cm³ wody dodać 20 cm³ kwasu siarkowego, zagotować i dodawać kroplami z mikrobiurety 0,1n roztwór nadmanganianu potasowego do wystąpienia różowego zabarwienia, utrzymującego się w ciągu 30 s. W gorącym roztworze rozpuścić 1,00 g badanego kwasu benzoowego i dodawać ponownie roztwór nadmanganianu potasowego do powstania różowego zabarwienia utrzymującego się w ciągu 30 s.

Badany kwas benzoowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zużyje się nie więcej niż:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,1 cm³ KMnO₄ 0,1n,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,1 cm³ KMnO₄ 0,1n,
- dla odczynnika cz. - 0,2 cm³ KMnO₄ 0,1n.

5.2.9. Oznaczanie rozpuszczalności w roztworze amoniaku. 1,00 g badanego kwasu benzoowego powinien rozpuścić się całkowicie w mieszaninie 8 cm³ wody i 2 cm³ wody amoniakalnej.

5.2.10. Oznaczanie substancji ciemniejących od kwasu siarkowego. 0,1 g badanego kwasu benzoowego i 2 cm³ kwasu siarkowego (1,04) należy ogrzewać w probówce na łaźni wodnej, w temperaturze 50°C, w ciągu 5 min. Roztwór nie powinien ściemnieć.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Krajowy Związek Spółdzielni Pracy Chemicznych i Farmaceutycznych.

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-68/CZSP/E-12/156

- a) wprowadzono gatunek chemicznie czysty,
- b) podano wymagania dla produktu ch.cz.,
- c) usunięto oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w chloroformie,
- d) zastąpiono przy oznaczaniu metali ciężkich wodę siarkowodorową tioacetamidem,
- e) dostosowano metody badania do Zalecenia normalizacyjnego.

Dotychczas obowiązująca ZN-68/CZSP/E-12 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1976 r.

3. Normy związane

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

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości żelaza

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 3253-71 Реактивы. Кислота бензойная. Norma jest wdrożeniem zalecenia.