

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Odczynniki	6193-32
	Kwas pikrynowy	Grupa katalogowa X 52 ¹⁾

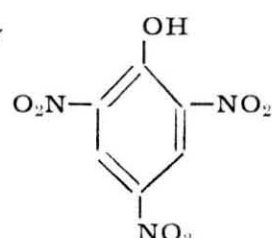
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas pikrynowy, otrzymywany przez sulfonowanie a następnie nitrowanie fenolu, stosowany jako odczynnik.

Kwas pikrynowy ma:

a) wzór sumaryczny $C_6H_3N_3O_7$,

b) wzór strukturalny



c) masę cząsteczkową 229,11 (1961 r.),

d) nazwę systematyczną — 2, 4, 6-trójnitrofenol lub 1-hydroksy -2, 4, 6-trójnitrofenyl.

1.2. Normy i dokumenty związane

PN-70/C-04956 Odczynniki. Oznaczanie temperatury topnienia

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. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

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

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) obowiązujące

od 15 września 1968 r. (Dz. T i Z.K. nr 20 poz. 84)

Regulamin międzynarodowy dla przewozu koleją towarów niebezpiecznych (RID), stanowiący załącznik 1 do Konwencji Międzynarodowej o przewozie towarów kolejami — CIM (Dz. U. nr 21 poz. 137 z 29 czerwca 1968 r.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej, stanowiące załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej — SMGS (Dz. T. i Z.K. z 1966 r. nr 7 poz. 35)

Przepisy bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów wybuchowych na drogach publicznych (Dz. Urz. M.K. nr 25 poz. 130 z dnia 10 czerwca 1965 r.)

Przepisy bezpieczeństwa pracy przy produkcji, składowaniu i transporcie wewnątrzzakładowym materiałów wybuchowych wprowadzone w życie Zarządzeniem Ministra Przemysłu Chemicznego z dnia 23 stycznia 1963 r.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki kwasu pikrynowego o oznaczeniach:

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

2.2. Przykład oznaczenia kwasu pikrynowego gatunku cz.d.a.

KWAS PIKRYNOWY cz.d.a. BN-72/6193-32

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas pikrynowy powinien mieć postać jasnożółtego krystalicznego proszku, rozpuszczalnego w wodzie i benzenie.

¹⁾ Symbole wg SWW dla kwasu pikrynowego:
cz.d.a. 1333-111,
cz. 1331-428.

3.2. Wymagania fizykochemiczne dla substancji wysuszonej

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość kwasu pikrynowego, %, nie mniej niż	99,8	99,0
b) Temperatura topnienia, °C	122 ÷ 123	121 ÷ 123
c) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie mniej niż	0,01	0,02
d) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w benzenie, %, nie więcej niż	0,02	0,1
e) Zawartość popiołu siarczynowego, %, nie więcej niż	0,08	0,1
f) Zawartość zanieczyszczeń organicznych	wg 5.3.7	
g) Zawartość chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
h) Zawartość siarczanów i sulfonianów jako SO_4^{2-} , %, nie więcej niż	0,005	0,01

3.3. Pozostałe wymagania. W celu zabezpieczenia przed możliwością wybuchu, kwas pikrynowy powinien zawierać 20 ÷ 40% wilgoci. Dokładna jej zawartość powinna być wypisana na etykiecie.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas pikrynowy należy pakować i znakować zgodnie z PN-70/C-80001. Opakowania jednostkowe powinny stanowić słoiki ze szkła oranżowego uszczelniane podkładkami igelitowymi lub polietylenowymi i zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego. Na każdym słoiku z kwasem pikrynowym należy przykleić dodatkowo nalepkę z napisem „Strzec przed zetknięciem z metalami ciężkimi”.

Ilość kwasu pikrynowego w słoiku w przeliczeniu na suchą masę może wynosić 250 g, 500 g, 1000 g, 2500 g, 5000 g.

Słoiki z kwasem pikrynowym należy pakować do skrzynek drewnianych wg BN-63/7161-06 i przekładać tekturą falistą lub innym miękkim tworzywem. Wolne przestrzenie wewnątrz skrzynek powinny być wypełnione miękkim materiałem pakowym np. watą drzewną.

Na skrzyniach zawierających kwas pikrynowy należy umieścić wyraźny czerwony napis podający nazwę materiału i należy umieścić nalepki zgodnie z PN-67/O-79252 rys. 1, 8, 10.

Za zgodą odbiorcy lub na jego życzenie dopuszcza się inne rodzaje i wielkości opakowań zabezpieczających produkt co najmniej w takim stopniu jak poprzednio wymienione opakowania.

4.2. Przechowywanie. Kwas pikrynowy w opakowaniu wg 4.1 należy przechowywać zgodnie z Przepisami bezpieczeństwa pracy przy produkcji, składowaniu i transporcie wewnątrzzakładowym materiałów wybuchowych, wprowadzonymi w życie Zarządzeniem Ministra Przemysłu Chemicznego z dnia 23 stycznia 1963 r.

4.3. Transport. Kwas pikrynowy w opakowaniu wg 4.1 należy przewozić:

— koleją w obrocie krajowym zgodnie z przepisami o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych,

— koleją w obrocie zagranicznym zgodnie z Regulaminem międzynarodowym dla przewozu koleją towarów niebezpiecznych (RID) oraz zgodnie ze Specjalnymi warunkami przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej stanowiącymi załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS),

— drogami publicznymi zgodnie z Przepisami bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów wybuchowych na drogach publicznych.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii. Partię stanowi szarża kwasu pikrynowego o masie nie większej niż 50 kg.

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047¹⁾. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić około 200 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości wilgoci i przygotowanie próbki do dalszych badań

5.3.1.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 15 g próbki z dokładnością do 0,0001 g i wysuszyć w naczynku wagowym do stałej masy w temperaturze 60 ÷ 70°C.

Zawartość wilgoci (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m - a}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m — odważka próbki, g,

a — masa kwasu pikrynowego po wysuszeniu, g.

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

5.3.1.3. Próbki kwasu pikrynowego po oznaczeniu zawartości wilgoci pozostawić do wykonania dalszych oznaczeń.

5.3.2. Oznaczanie zawartości kwasu pikrynowego

¹⁾ Patrz postanowienia przejściowe.

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek potasowy cz.d.a. roztwór 0,2n.
 b) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1 g próbki wg 5.3.1.3 z dokładnością do 0,0001 g i rozpuścić w 100 cm³ ciepłej wody, po czym miareczkować 0,2n roztworem wodorotlenku potasowego wobec 4 ÷ 5 kropli fenoloftaleiny do pierwszej zmiany barwy z żółtej na czerwoną.

Zawartość kwasu pikrynowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{0,04582 \cdot V \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,2n roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka próbki, g,

0,04582 — ilość kwasu pikrynowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,2n roztworu wodorotlenku potasowego, g/cm³.

5.3.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,2⁰/o.

5.3.3. Oznaczanie temperatury topnienia. Oznaczanie temperatury topnienia kwasu pikrynowego należy przeprowadzić zgodnie z PN-70/C-04956 przyrządu typu Thiele i oleju parafinowego jako cieczy podgrzewającej.

5.3.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.3.4.1. Wykonanie oznaczenia. Odważyć około 5 g próbki wg 5.3.1.3 z dokładnością do 0,0001 g, rozpuścić w 500 cm³ gorącej wody, po czym roztwór ochłodzić do temperatury pokojowej i przesączyć przez tygiel Schotta G-4, wysuszony uprzednio do stałej masy w temperaturze 60 ÷ 70°C.

Po odsączeniu roztworu należy przemywać tygiel ciepłą wodą aż do zaniku zabarwienia wody popłucznej kwasem pikrynowym, po czym wysuszyć go do stałej masy w tej samej temperaturze i zważyć.

5.3.4.2. Obliczanie wyników. Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 - a_1}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

a_1 — masa wysuszonego tygla przed próbą, g,

a_2 — masa wysuszonego tygla po próbie, g,

m — odważka próbki, g.

5.3.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,005⁰/o.

5.3.5. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w benzenie

5.3.5.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 5 g próbki wg 5.3.1.3 z dokładnością do 0,0001 g i rozpuścić w 100 cm³ benzenu. Otrzymany roztwór przesączyć przez tygiel Schotta G-4, wysuszony uprzednio do stałej masy w temperaturze 60 ÷ 70°C. Po odsączeniu roztworu należy tygiel przemywać benzenem aż do zaniku zabarwienia roztworu popłucznej kwasem pikrynowym, po czym wysuszyć tygiel do stałej masy w temperaturze 60 ÷ 70°C i zważyć.

5.3.5.2. Obliczanie wyników. Zawartość substancji nierozpuszczalnych w benzenie (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_2 - a_1}{m} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

a_1 — masa wysuszonego tygla przed próbą, g,

a_2 — masa wysuszonego tygla po próbie, g,

m — odważka próbki, g.

5.3.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,005⁰/o.

5.3.6. Oznaczanie popiołu siarczynowego

5.3.6.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć w tyglu porcelanowym około 2,5 g próbki wg 5.3.1.3 z dokładnością do 0,0001 g i zwęglić na grzejniku elektrycznym. Następnie zwilżyć roztworem 20-procentowego kwasu siarkowego i prażyć w temperaturze około 800°C do stałej masy. Pozostałość po prażeniu ochłodzić w eksykatorze i zważyć.

5.3.6.2. Obliczanie wyników. Zawartość popiołu siarczynowego (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{a}{m} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

a — masa pozostałości po prażeniu, g,

m — odważka próbki, g.

5.3.6.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,01⁰/o.

5.3.7. Oznaczanie zanieczyszczeń organicznych

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

b) Kwas pikrynowy, roztwór 0,8-procentowy przygotowany z badanego kwasu pikrynowego.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 0,20 g próbki wg 5.3.1.3 rozpuścić na gorąco w 20 cm³ wody, dodać 0,5 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i odstawić na 15 min, po czym dopełnić wodą do 50 cm³.

Badana próbka odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie otrzymanego roztworu nie jest ciemniejsze niż zabarwienie 0,8-procentowego roztworu kwasu pikrynowego bez dodatku wodorotlenku sodowego.

5.3.8. Oznaczanie zawartości chlorków

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Roztwory wzorcowe chlorków przygotowane w następujący sposób: odważyć 2 g kwasu pikrynowego, z dokładnością do 0,0001 g, wolnego od jonów Cl^- i SO_4^{2-} , otrzymanego z kwasu pikrynowego cz.d.a., przekrystalizowanego z wody dwukrotnie destylowanej i rozpuścić w 40 cm³ wody z dodatkiem 1 cm³ roztworu kwasu azotowego; w ten sposób przygotować w kuwetach lub zlewkach dwie próbki, do jednej z nich dodać 1 cm³, a do drugiej 2 cm³ pomocniczego roztworu chlorków przygotowanego wg PN-68/C-06500 i rozcieńczonego wodą w stosunku 1:99 (1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl^-), co odpowiada 0,0005% i 0,001% zawartości chlorków, po czym oba naczynia dopełnić wodą do objętości 50 cm³.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 2 g próbki wg 5.3.1.3 z dokładnością do 0,0001 g i rozpuścić w 40 cm³ wrzącej wody z dodatkiem 1 cm³ roztworu kwasu azotowego. Otrzymany roztwór ochłodzić do około 2°C poniżej temperatury otoczenia, przesączyć do kuwety lub zlewki i dopełnić wodą do objętości 50 cm³. Jednocześnie do badanej próbki dodać po 1 cm³ roztworu azotanu srebra i roztworów wzorcowych sporządzonych wg 5.3.8.1 c) i dokładnie wymieszać. Intensywność zmętnienia roztworów badanego i wzorcowych,

przechowywanych w ciemności, porównać po 10 min. Badana próbka odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymane zmętnienie jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu wzorcowego.

5.3.9. Oznaczanie zawartości siarczanów i sulfonianów

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

b) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

c) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

d) Roztwory wzorcowe siarczanów przygotowane w następujący sposób: odważyć 2 g kwasu pikrynowego, z dokładnością do 0,0001 g, wolnego od jonów Cl^- i SO_4^{2-} , otrzymanego z kwasu pikrynowego cz.d.a., przekrystalizowanego z wody dwukrotnie destylowanej i rozpuścić w 40 cm³ wody z dodatkiem 3 cm³ roztworu kwasu solnego; w ten sposób przygotować w kuwetach lub zlewkach dwie próbki, do jednej z nich dodać za pomocą mikrobiurety lub półmikrobiurety 0,1 cm³, a do drugiej 0,02 cm³ pomocniczego roztworu siarczanów przygotowanego wg PN-68/C-06500 (1 cm³ roztworu zawiera 1 mg SO_4^{2-}) co odpowiada 0,005% i 0,01% zawartości siarczanów, po czym oba naczynia dopełnić wodą do objętości 50 cm³.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć w tyglu porcelanowym około 2 g próbki wg 5.3.1.3 z dokładnością do 0,0001 g, dodać 10 cm³ roztworu kwasu azotowego i odparować do sucha na łaźni wodnej. Suchą pozostałość rozpuścić w 40 cm³ wrzącej wody z dodatkiem 3 cm³ roztworu kwasu solnego, ochłodzić do około 2°C poniżej temperatury otoczenia, przesączyć do kuwety lub zlewki i dopełnić wodą do objętości 50 cm³. Następnie jednocześnie dodać do badanej próbki po 3 cm³ roztworu chlorku barowego i roztworów wzorcowych sporządzonych wg 5.3.9.1 d) i dokładnie wymieszać. Intensywność roztworów badanego i wzorcowych porównać po 15 min.

Badana próbka odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymane zmętnienie jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu wzorcowego.

6. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Do dnia 1 lipca 1973 r. należy stosować PN/C-80047.

K O N I E C