

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Półprodukty do barwników	6021-05
	Kwas	Zamiast BN-64/6021-05
	dwuaminostylbenodwusulfonowy	Grupa katalogowa X 22

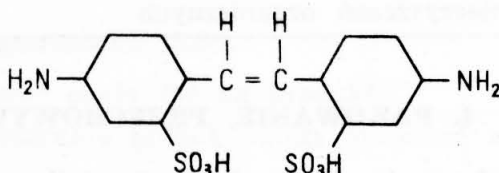
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas dwuaminostylbenodwusulfonowy techniczny, otrzymywany przez redukcję kwasu dwunitrostylbenodwusulfonowego.

Kwas dwuaminostylbenodwusulfonowy ma:

a) wzór sumaryczny — $C_{14}H_{14}N_2O_6S_2$

b) wzór budowy —



c) masę cząsteczkową — 370,4 (1962 r.)

d) nazwę systematyczną — kwas 4,4'—dwuaminostylbeno—2,2'—dwusulfonowy.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kwas dwuaminostylbenodwusulfonowy stosowany jest do produkcji barwników azowych stylbenowych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od przeznaczenia produktu, rozróżnia się dwa rodzaje kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego:

Z — przeznaczony na zbył,

W — przeznaczony na zużycie wewnętrzne.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego przeznaczonego na zbył:

KWAS DWUAMINOSTYLBENODWUSULFONOWY Z BN 75/6021-05

Zgłoszona przez Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 20 czerwca 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 kwietnia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1975 poz. 68)

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Kwas dwuaminostylbenodwusulfonowy powinien mieć postać jednolitej pasty barwy żółtej.

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

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje	
	Z	W
a) Zawartość kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego, % ₀ , nie mniej niż	60	35
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego, w przeliczeniu na produkt 100-procentowy, % ₀ , nie więcej niż	0,5	0,5
c) Zanieczyszczeń organicznych	wg 5.4.4.3	

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas dwuaminostylbenodwusulfonowy należy pakować do beczek drewnianych wg PN-68/O-79352 pojemności 115 dm³.

Na każdym opakowaniu należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii,
- masę brutto i netto,
- datę produkcji.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji kwas dwuaminostylbenodwusulfonowy w opakowaniach transportowych należy formować w jednostki ładunkowe przy użyciu palet ładunkowych o wymiarach 800×1200 mm wg PN-68/M-78218.

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Kwas dwuaminostylbenodwusulfonowy opakowany wg 4.1 należy przechowywać w suchych pomieszczeniach magazynowych. Okres przechowywania: dla pasty rodzaju Z — 6 miesięcy, dla pasty rodzaju W — 3 miesiące.

4.4. Transport. Kwas dwuaminostylbenodwusulfonowy opakowany wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu, chroniącymi produkt przed działaniem szkodliwych warunków atmosferycznych.

Srodek przewozowy przed załadowaniem należy przygotować przez usunięcie gwoździ, zabezpieczenie śrub, haków itp. wystających części, które mogą spowodować uszkodzenie opakowań. Opakowania z kwasem dwuaminostylbenodwusulfonowym należy ustawiać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka przewozowego (wagonu, samochodu).

Ewentualne luki zabezpieczyć materiałem wyściółkowym tak, aby ładunek stanowił zwartą całość, zabezpieczoną przed przemieszczaniem się. W transporcie kolejowym opakowania z kwasem dwuaminostylbenodwusulfonowym należy ładować do granic wykorzystania wagonu wg Przepisów o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

W transporcie samochodowym opakowania z kwasem dwuaminostylbenodwusulfonowym należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

5. BADANIA

5.1. Radzaje badań

- sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie zawartości kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego (3.2b),
- oznaczanie zanieczyszczeń organicznych (3.2c).

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi około 750 kg produktu.

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

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

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wylosować do pobrania próbek
do 5	wszystkie
$6 \div 15$	5

Próbki kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego należy pobierać próbnikiem nr 13 wg PN-74/C-60008. Z każdego wylosowanego opakowania pobrać 3 próbki pierwotne — z wierzchu, ze środka i ze spodu, każdą o masie 200 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 w ilości 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 dwuaminostylbenodwusulfonowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Azotyn sodowy cz., roztwór 0,1 N.

- b) *m*-Ksilenian sodowy cz., roztwór nasycony.
- c) Kwas solny cz., roztwór 20-procentowy.
- d) Węglan sodowy cz., roztwór 10-procentowy.
- e) Wskaźniki: papierki żółcieni brylantowej i jodaskrobiowe.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania

a) Oznaczanie wstępne. 5 g badanego kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 250 cm³, rozpastować z małą ilością wody, następnie dodać 150 cm³ wody i roztworu węglanu sodowego — do uzyskania reakcji słabo alkalicznej wobec żółcieni brylantowej. Po rozpuszczeniu produktu (w razie potrzeby ogrzewać w temperaturze 50÷60°C), roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ i uzupełnić wodą do kreski. Z tak przygotowanego roztworu odmierzyć pipetą 25 cm³, przenieść do zlewki pojemności 250 cm³, dodać 100 cm³ *m*-Ksilenianu sodowego, 10 cm³ roztworu kwasu solnego i miareczkować roztworem azotynu sodowego w temperaturze 15÷20°C. Miareczkowanie należy uznać za zakończone, gdy kropla badanego roztworu w ciągu 5 min po dodaniu azotynu będzie wyraźnie zabarwiała papierek jodaskrobiowy na niebiesko.

b) Oznaczanie właściwe. Z roztworu przygotowanego wg 5.4.2.2a) odmierzyć pipetą 50 cm³, przenieść do zlewki pojemności 800 cm³, dodać 400 cm³ wody oraz podwójną objętość roztworu azotynu sodowego — zmniejszoną o 1 cm³, zużytego do miareczkowania w 5.4.2.2a). Następnie, energicznie mieszając, dodać 20 cm³ roztworu kwasu solnego i miareczkować roztworem azotynu sodowego tak długo, aż roztwór miareczkowany w ciągu 5 min po dodaniu azotynu będzie wyraźnie zabarwiał papierek jodaskrobiowy na niebiesko.

Zawartość kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,0185 \cdot 250}{50 \cdot m} \cdot 100$$

w którym:

- V* — objętość ściśle 0,1 *N* roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania właściwej próby, cm³,
- 0,0185 — ilość gramów kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 *N* roztworu azotynu sodowego,
- m* — odważka badanej próbki, g.

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

5.4.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego w przeliczeniu na produkt 100-procentowy.

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Węglan sodowy cz., roztwór 10-procentowy.
- b) Wskaźnik — papierki żółcieni brylantowej.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. 20 g kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 1 dm³, dodać 750 cm³ wody oraz 100 cm³ roztworu węglanu sodowego.

Roztwór powinien wykazywać odczyn alkaliczny wobec żółcieni brylantowej. Całość ogrzać do $50 \div 60^\circ\text{C}$ i utrzymywać tę temperaturę aż do całkowitego rozpuszczenia się produktu. Następnie roztwór przesączyć na lejku analitycznym przez sączek średniej twardości, wysuszony uprzednio do stałej masy o temperaturze 80°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g, a przed użyciem zwilżony wodą. Osad na sączku przemyć wodą w temperaturze 60°C do zaniku reakcji alkalicznej, sprawdzając papierkiem żółcieni brylantowej. Sączek wraz z osadem wysuszyć w temperaturze 80°C do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego (X_1) w przeliczeniu na produkt 100-procentowy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot X}$$

w którym:

m_2 — masa sączka z osadem, g,

m_1 — masa sączka, g,

m — odważka badanego produktu, g,

X — zawartość kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego, % — wg 5.4.2.

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

5.4.4. Oznaczanie zanieczyszczeń organicznych

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Adsorbent — płytki szklane o wymiarach 15×6 cm, pokryte żelem krzemionkowym G (firmy Merck typ 60), wysuszone na powietrzu do zmatowienia powierzchni, a następnie aktywowane w temperaturze 100°C .

b) Chlorek cynawy cz., roztwór 5-procentowy w 20-procentowym kwasie solnym.

c) Odczynnik Erlicha przygotowany w następujący sposób: 0,5 g aldehydu p-dwumetyloaminobenzoesowego cz. rozpuścić w 30 cm³ alkoholu etylowego cz., dodać 3 cm³ kwasu solnego stężonego cz.d.a. i 180 cm³ alkoholu n-butyłowego cz.d.a.

d) Rozpuszczalnik przygotowany w następujący sposób: butanol I-rzędowy cz.d.a., butanol III-rzędowy cz.d.a. i wodę wymieszać w stosunku 3:1:1.

e) Roztwór badany przygotowany w następujący sposób: 2 g kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy), odważyć z dokładnością do 0,002 g, przenieść do zlewki pojemności 100 cm³, dodać 40 cm³ mieszaniny alkoholu etylowego cz. z wodą w stosunku 1:1, a następnie kilka kropel amoniaku cz. do uzyskania całkowitego rozpuszczenia produktu.

Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ i uzupełnić do kreski mieszaniną alkoholu etylowego z wodą — jak wyżej.

f) Roztwór wzorcowy przygotowany wg 5.4.4.1e) z kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego wzorcowego.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. 0,005 cm³ roztworu badanego i wzorcowego nanieść na płytkę szklaną wg 5.4.4.1a), na wysokości 2 cm od dolnej krawędzi. Odległość między naniesionymi roztworami powinna wynosić 2 cm. Płytkę umieścić w komorze chromatograficznej, zanurzając ją w rozpuszczalniku na głębokość 0,7 cm. Chromatogram rozwijać w temperaturze pokojowej do chwili, gdy czoło rozpuszczalnika osiągnie wysokość 16 cm, po czym chromatogram wyjąć, wysuszyć na powietrzu, spryskać chlorkiem cynawym i ogrzewać przez 30 min w temperaturze 100°C. Następnie ochłodzić i spryskać odczynnikiem Erlicha. Ocenę chromatogramu wykonać nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

5.4.4.3. Ocena wyniku. Produkt badany odpowiada wymaganiom normy, jeżeli chromatogram produktu badanego nie wykazuje większej ilości zanieczyszczeń niż chromatogram produktu wzorcowego.

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 dwuaminostylbenodwusulfonowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań przeprowadzonych wg 5.1 są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii produktu wytwórca jest obowiązany 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-64/6021-05

- a) wprowadzono rodzaj W — przeznaczony na zużycie wewnętrzne,
- b) podwyższono zawartość procentową produktu przeznaczonego na zbyt (Z),
- c) zrezygnowano z
 - oznaczania zawartości metodą utleniania,
 - wyliczania różnicy procentowej zawartości oznaczanej przez dwuazowanie i utlenianie,
- d) zmieniono częściowo metodę oznaczania zawartości procentowej,
- e) wprowadzono oznaczanie zanieczyszczeń organicznych metodą chromatografii cienkowarstwowej.

3. Normy i dokumenty związane

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

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

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

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

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

PN-68/O-79352 Opakowania transportowe drewniane. Beczki i komplety beczkowe do produktów stałych, sypkich i mazistych

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

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. Mon. Pol. nr 12 poz. 123.

4. **Wzorzec kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego** dostarczają na żądanie Zakłady Przemysłu Barwników BORUTA w Zgierzu.

5. **Autorzy projektu normy** — Kazimiera Cienkusz i inż. Wiesława Majewska ZPB BORUTA w Zgierzu.