

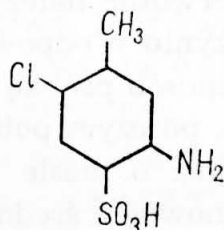
|                        |                          |                                     |
|------------------------|--------------------------|-------------------------------------|
| PRODUKTY<br>ORGANICZNE | NORMA BRANŻOWA           | BN-73                               |
|                        | Półprodukty do barwników | 6021-23                             |
|                        | Kwas litolowy LC extra   | Grupa katalogowa X 22 <sup>1)</sup> |

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest kwas litolowy LC extra, zwany dalej kwasem litolowym LC, otrzymywany przez sulfonowanie toluenu, chlorowanie, nitrowanie i redukcję, stosowany jako półprodukt w produkcji laków.

Kwas litolowy LC ma:

- a) wzór sumaryczny  $C_7H_7NSO_3Cl$
- b) wzór budowy



- c) masę cząsteczkową 221,663 (1961 r.)
- d) nazwę systematyczną — kwas 6-chloro-3-amino-1-metylo-4-fenylosulfonowy.

## 1.2. Normy związane

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

PN/C-60009 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów półciekłych, mazistych i ciastowatych

PN-68/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe drewniane czterowiejsiowe bez skrzydeł 800×1200

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

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

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

## 2. OZNACZENIE

KWAS LITOLOWY LC extra BN-73/6021-23  
SWW 1242-651

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wygląd zewnętrzny.** Kwas litolowy LC powinien mieć postać pasty o zabarwieniu białym z odcieniem kremowym lub różowym.

**3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne — wg tablicy.**

| Wymagania                                                                                                               |                  |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------|
| a) Kwasu litolowego LC, %, nie mniej niż                                                                                | 50               |
| b) Substancji nierozpuszczalnych w roztworze węgla sodowego w przeliczeniu na produkt 100-procentowy, %, nie więcej niż | 0,4              |
| c) Czystość                                                                                                             | zgodna z wzorcem |

**3.3. Trwałość.** Kwas litolowy LC powinien odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 (przy spełnieniu warunków podanych w 4.2) przez 6 miesięcy.

<sup>1)</sup> Symbol wg SWW: 1242-651.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika”

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika”  
dnia 15 stycznia 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu  
od dnia 1 października 1973 r. (Dz. Norm. i Miar nr 12/1973 poz. 36)

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Kwas litolowy LC należy pakować w beczki drewniane pojemności 115 dm<sup>3</sup> wg PN-68/O-79352. Znakowanie opakowań należy wykonać zgodnie z PN-67/O-79252.

Na każdym opakowaniu umieścić czytelny napis zawierający co najmniej:

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

**4.2. Formowanie jednostek ładunkowych.** Beczki z kwasem litolowym LC na paletach ładunkowych powinny być ustawiane zgodnie z PN-68/M-78216, po 4 beczki na palecie, nie więcej niż po 4 warstwy palet w stosie.

**4.3. Przechowywanie.** Kwas litolowy LC opakowany wg 4.1 należy przechowywać w krytych pomieszczeniach magazynowych, w temperaturze otoczenia nie wyższej niż 30°C.

Beczki z kwasem litolowym LC powinny być przechowywane z zastosowaniem paletyzacji lub ustawiane jednowarstwowo obok siebie, bez użycia palet.

**4.4. Transport.** Kwas litolowy LC opakowany wg 4.1 można przewozić dowolnymi środkami transportu, chroniącymi przed działaniem szkodliwych warunków atmosferycznych.

Środek przewozowy przed załadowaniem należy przygotować usuwając gwoździe, zabezpieczając śruby, haki, itp. występujące części, które mogą spowodować uszkodzenie opakowań.

Opakowania z produktem należy ustawiać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka przewozowego (wagonu, samochodu). Ewentualne luki zabezpieczyć materiałem wyściółkowym tak, aby stanowiły zwartą całość, zabezpieczającą towar przed przemieszczaniem się.

W transporcie kolejowym opakowania należy ładować do granic wykorzystania wagonu wg przepisów kolejowych <sup>1)</sup>.

W transporcie samochodowym kwas litolowy LC należy ładować zgodnie z instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep <sup>1)</sup>.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości kwasu litolowego LC (3.2 a),
- b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze węgla sodowego (3.2 b),
- c) oznaczanie czystości (3.2 c).

**5.2. Wielkość partii.** Górną granicę partii stanowi 300 kg produktu.

**5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500. Z przedstawionej do badań partii, z każdego opakowania należy pobrać co najmniej 2 próbki pierwotne. Każdą próbkę pierwotną należy pobierać z innego miejsca opakowania.

Próbki pierwotne pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60009, z całej grubości warstwy produktu. Pobrane próbki pierwotne należy umieścić w czystym, suchym naczyniu o odpowiedniej wielkości. Otrzymaną w ten sposób próbkę ogólną należy dokładnie wymieszać, po czym pobrać z niej średnią próbkę laboratoryjną, o masie nie mniejszej niż 600 g. Produkt stanowiący średnią próbkę laboratoryjną należy umieścić co najmniej w dwóch naczyniach w równych ilościach wystarczających do przeprowadzenia przewidzianych badań.

Nakładanie produktu należy wykonywać małymi porcjami. Porcje należy umieszczać po jednej kolejno w każdym naczyniu, powtarzając w ten sam sposób te czynności, aż do napełnienia naczyń. Po napełnieniu, naczynia należy tak zabezpieczyć, aby była zagwarantowana identyczność próbek.

Na każdym naczyniu zawierającym średnią próbkę laboratoryjną należy umieścić wyraźny napis zawierający:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2,
- c) jednoznaczne określenie partii (nr partii, datę wyprodukowania itp.),
- d) nazwisko pobierającego próbkę,
- e) datę i miejsce pobrania próbek.

Jedno naczynie zawierające średnią próbkę laboratoryjną przeznaczyć do analizy kontrolnej, drugie do analizy rozjemczej, przechowując nie krócej niż 3 miesiące.

### 5.4. Opis badań

#### 5.4.1. Oznaczanie zawartości kwasu litolowego LC

##### 5.4.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny techniczny (1,19).

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 2.

- b) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 1n.
- c) Węglan sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- d) Papierki wskaźnikowe: żółcieni brylantowej, jodokrobiowe i Kongo.

#### 5.4.1.2. Wykonanie oznaczania

a) **Analiza orientacyjna.** 10 g kwasu litolowego LC odważyć z dokładnością do 0,01 g i umieścić w zlewce pojemności 2 dm<sup>3</sup>. Dodać 1 dm<sup>3</sup> gorącej wody destylowanej oraz około 25 cm<sup>3</sup> węglanu sodowego do zmiany barwy papierka żółcieni brylantowej. Następnie, mieszając badany roztwór podgrzać aż do rozpuszczenia się produktu, po czym dodać 50 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i oziębić lodem do temperatury 5°C. Całość miareczkować roztworem azotynu sodowego tak długo, aż roztwór miareczkowany po 5 min od dodania azotynu zabarwi papierek jodokrobiowy na niebiesko.

b) **Analiza właściwa.** 10 g kwasu litolowego LC odważyć z dokładnością do 0,01 g i postępować jak przy próbie orientacyjnej.

Po rozpuszczeniu się produktu roztwór oziębić lodem do temperatury 5÷10°C, następnie dodać roztworu azotynu sodu (90% ilości jaka została zużyta do miareczkowania w 5.4.1.2 a). Całość wymieszać, dodać 50 cm<sup>3</sup> kwasu solnego mieszając intensywnie przez cały czas, po czym sprawdzić roztwór na papierku Kongo — powinno wystąpić niebieskie zabarwienie. Następnie dokończyć miareczkowanie roztworem azotynu sodowego do momentu, aż roztwór miareczkowany po 5 min od dodania azotynu zabarwi papierek jodokrobiowy na niebiesko.

Zawartość kwasu litolowego LC (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,221}{m} \cdot 100$$

w którym:

- V — objętość azotynu sodowego zużytego do dwuazowania w analizie właściwej, cm<sup>3</sup>,
- m — odważka badanego produktu, g,
- 0,221 — ilość kwasu litolowego LC odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 1n roztworu azotynu sodowego, g.

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

#### 5.4.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego

##### 5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Węglan sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- b) Papierki wskaźnikowe żółcieni brylantowej.

**5.4.2.2. Wykonanie oznaczania.** 20 g kwasu litolowego LC odważyć z dokładnością do 0,01 g, przemieścić ilościowo do zlewki pojemności 2 dm<sup>3</sup>. Po dodaniu 1 dm<sup>3</sup> wody destylowanej i 60 cm<sup>3</sup> roztworu węglanu sodowego powinna wystąpić zmiana zabarwienia papierka żółcieni brylantowej. Całość zagrzzać do wrzenia, po czym przefiltrować na gorąco przez uprzednio wysuszony do stałej masy sączek średniej twardości VEB nr 389 lub nr 388 na lejku sitowym i przemyć kilkakrotnie gorącą wodą do zaniku zmian barwy papierka żółcieni brylantowej. Następnie sączek ostrożnie zdjąć z lejka i wysuszyć w temperaturze 100°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych (X<sub>1</sub>) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- m<sub>2</sub> — masa sączka z osadem, g,
- m<sub>1</sub> — masa sączka, g,
- m — odważka badanego produktu, g,
- X — zawartość kwasu litolowego LC wg 5.4.1.2 b).

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

##### 5.4.3. Chromatograficzne oznaczanie czystości

###### 5.4.3.1. Przyrządy i materiały

- a) Komora chromatograficzna.
- b) Mikropipeta.
- c) Lampa kwarcowa.
- d) Bibuła Whatman nr 3 lub Filtr nr 7 — paski bibuły o wymiarze 10×30 cm.

###### 5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy,
- b) Alkohol n-propylowy ch.cz. do chromatografii.
- c) Kwaśny węglan sodu cz., roztwór 5-procentowy.
- d) Roztwór wzorcowy kwasu litolowego LC technicznego.
- e) Roztwór rozwijający przygotowany w następujący sposób: 2 części alkoholu n-propylowego

oraz 1 część roztworu kwaśnego węglanu sodowego umieścić w zlewce na 4 godz, po czym odfiltrować wytrącony osad na lejku sitowym przez sączek ilościowy. Klarowny filtrat stosować jako roztwór rozwijający.

f) Roztwór produktu badanego przygotowany w następujący sposób: 2 g kwasu litolowego LC w przeliczeniu na produkt 100-procentowy odważyć z dokładnością 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 100 cm<sup>3</sup>, po czym dodać 20 cm<sup>3</sup> amoniaku.

Po rozpuszczeniu badanego produktu całość przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i dopełnić do kreski wodą destylowaną. W ten sam sposób przygotować wzorcowy roztwór kwasu litolowego LC.

**5.4.3.3. Wykonanie chromatogramu (metoda wstępująca).** Do rynienki znajdującej się w komorze chromatograficznej oraz na dno komory wlać roztworu rozwijającego. Następnie na przygotowany pasek bibuły, w odległości 2 cm od dolnego brzegu, nanieść za pomocą mikropipety 0,01 cm<sup>3</sup> badanego roztworu kwasu litolowego LC oraz roztworu kwasu litolowego wzorcowego, w odległości 3 cm od siebie. Następnie pasek bibuły umieścić

między pręcikami szklanymi w górnej części komory tak, aby dolna krawędź paska była zanurzona 5 mm pod powierzchnią roztworu rozwijającego.

Naczynie nakryć płytką szklaną i pozostawić w temperaturze pokojowej na 4 godz. Po wymienionym czasie chromatogram wyjąć, wysuszyć w temperaturze pokojowej i sprawdzić pod lampą kwarcową.

**5.4.3.4. Ocena wyniku.** Produkt odpowiada wymaganiom normy, jeżeli chromatogram (ilość plam, ich wielkość, intensywność zabarwienia oraz położenie) produktu badanego i wzorcowego jest praktycznie zgodny.

**5.5. Zaświadczenie o wynikach badań.** Producent jest obowiązany przedstawić zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

**5.6. Zaokrąglenie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów** należy dokonać wg PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

## KONIEC

### INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6021-23

#### 1. Istotne zmiany w stosunku do ZN-67/MPCh/OE-2876

- podwyższono zawartość kwasu litolowego LC z 45% na 50%,
- wprowadzono metodę chromatograficznego oznaczania czystości porównawczo w wzorcem,
- zrezygnowano z oznaczania rozpuszczalności molarnej.

#### 2. Przepisy dotyczące transportu

- Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27, ust. 4, p. 4 DKP).
- Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r.