

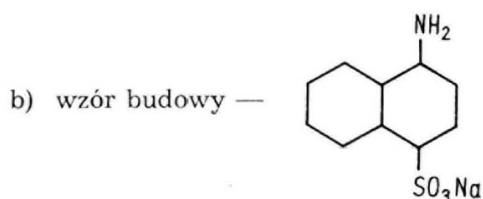
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Naftionian sodowy techniczny	6021-24
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest naftionian sodowy techniczny otrzymywany z α -naftyloaminy.

Naftionian sodowy ma:

a) wzór sumaryczny — $C_{10}H_8O_3NSNa$



c) masę cząsteczkową — 245,23 (1961 r.), kwasu naftionowego 223,25 (1961 r.)

d) nazwę systematyczną — sól sodowa kwasu 1-naftyloamino-4-sulfonowego.

e) inną nazwę — naftionat sodowy.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Naftionian sodowy techniczny stosowany jest do produkcji barwników azowych.

2. OZNACZENIE

NAFTIONIAN SODOWY BN-76/6021-24

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Naftionian sodowy techniczny powinien być produktem drobnokryształicznym barwy szaroróżowej.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	
a) Zawartość naftionianu sodowego w przeliczeniu na kwas naftionowy, %, nie mniej niż	55
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na produkt 100-procentowy, %, nie więcej niż	0,5
c) Zawartość α -naftyloaminy w przeliczeniu na produkt 100-procentowy, %, nie więcej niż	0,3

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Naftionian sodowy techniczny należy pakować do beczek drewnianych wg PN-76/O-79351, pojemności 115 dm³.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały i czytelny napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2,
- nr partii,
- masę brutto i netto,
- datę produkcji.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-67/O-79252.

4.2. Przechowywanie. Naftionian sodowy techniczny należy przechowywać w magazynach krytych, przewiewnych, zabezpieczających produkt przed nawilgoceniem.

Czas przechowywania — nie dłuższy niż 6 miesięcy.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, naftionian sodowy techniczny w opakowaniach transportowych należy formować w jednostki ładunkowe przy użyciu palet ładunkowych wg PN-75/M-78218, o wymiarach 800×1200 mm.

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przemieszczaniem się i deformacją.

4.4. Transport. Naftionian sodowy techniczny opakowany wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu, chroniącymi produkt przed nasłonecznieniem.

Środek przewoźowy przed załadowaniem należy przygotować przez usunięcie gwoździ, za-

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 13 września 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu
od dnia 1 lipca 1977 r. (Dz. Norm. i Miar nr 25/1976 poz. 106)

bezpieczenie śrub, haków itp. wystających części, które mogą spowodować uszkodzenie opakowań.

Opakowania z naftionianem sodowym technicznym 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 z naftionianem sodowym technicznym należy ładować do granic wykorzystania wagonu wg Przepisów o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

W transporcie samochodowym opakowania z naftionianem sodowym technicznym należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie zawartości naftionianu sodowego (3.2 a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2 b),
- oznaczanie zawartości α -naftyloaminy (3.2 c).

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi około 1400 kg produktu.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500. Z każdej partii produktu, w zależności od liczności opakowań, należy wybrać, w sposób losowy, do pobrania próbek liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wylosować do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6÷15	5
16÷25	7

Próbki należy pobierać próbnikiem nr 8 lub 13 wg PN-74/C-60008. Z każdego wylosowanego opakowania pobrać 3 próbki pierwotne: z wierzchu, ze środka i ze spodu, każdą o masie 100 g. Pobrane próbki pierwotne należy umieścić w czystym i suchym naczyniu odpowiedniej wielkości. Otrzymaną w ten sposób próbkę ogólną należy dokładnie wymieszać, po czym pobrać z niej średnią próbkę laboratoryjną o masie nie mniejszej niż 200 g. Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części i umieścić w dwóch na-

czyniach. Jedną część próbki przeznaczyć do badań kontrolnych, drugą zachować do analizy rozjemczej. Próbkę do analizy rozjemczej należy przechowywać w ciągu 3 miesięcy.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości naftionianu sodowego w przeliczeniu na kwas naftionowy

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Azotyn sodowy cz. roztwór 1N.
- Kwas solny cz. (1,19).
- Wskaźnik — papierki jodokrobiowe.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego naftionianu sodowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 1,5 dm³, dodać 1 dm³ wody i wymieszać do rozpuszczenia. Następnie dodać 30 cm³ kwasu solnego, oziębć lodem do temperatury 10÷15°C i bardzo wolno miareczkować azotynem sodowym do niebieskiego zabarwienia papierka jodokrobiowego nie znikającego w ciągu 5 min.

Zawartość naftionianu sodowego (X), w przeliczeniu na kwas naftionowy, obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,223 \cdot V \cdot 100}{m}$$

w którym:

0,223 — ilość kwasu naftionowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1N roztworu azotynu sodowego, g,

V — objętość ściśle 1N azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanej próbki, g.

5.4.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10%.

5.4.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.4.3.1. Wykonanie oznaczania. 20 g badanego naftionianu sodowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 600 cm³, dodać 300 cm³ wody, podgrzać do 50°C i wymieszać do rozpuszczenia się produktu, a następnie przesączyć na lejku analitycznym przez miękki sączek ilościowy, uprzednio wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g. Sączek wraz z osadem przemyć kilkakrotnie ciepłą wodą aż do uzyskania bezbarwnego przesączu, po czym wysuszyć w temperaturze 100°C do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X₁) w przeliczeniu na produkt 100-procentowy obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- m_1 — masa osadu z sączkiem, g,
 m_2 — masa sączka, g,
 m — odważka badanej próbki, g,
 X — zawartość naftionianu sodowego wg 5.4.2.2, 0/0.

5.4.3.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,10/0.

5.4.4. Oznaczanie zawartości α -naftyloaminy

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Adsorbent — płytki szklane pokryte żelem krzemionkowym, wysuszone na powietrzu do zmatowienia powierzchni, a następnie aktywowane przez 15 min w temperaturze 100°C.

b) Eluent — chlorobenzen cz.d.a. i alkohol etylowy cz.d.a. wymieszane w stosunku 4:1.

c) Odczynnik Erlicha.

d) Roztwór badany 2-procentowy przygotowany w następujący sposób: 1 g badanego naftionianu sodowego (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy) odważyć z dokładnością do 0,002 g, rozpuścić w 30 cm³ mieszaniny alkoholu etylowego z wodą, zmieszanych w stosunku 1:1, przemieścić ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ i uzupełnić do kreski mieszaniną alkoholową.

e) Roztwory wzorcowe α -naftyloaminy przygotowane w następujący sposób: 0,05 g α -naftyloaminy chromatograficznie czystej (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy) odważyć z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w alkoholu etylowym, przemieścić ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 25 cm³ i uzupełnić do kreski alkoholem etylowym. Następnie do 5 kolb pomiarowych pojemności 10 cm³ odmierzyć kolejno po 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 cm³ przygotowanego roztworu α -naftyloaminy i uzupełnić alkoholem etylowym do kreski. Tak przygotowane roztwory odpowiadają: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5-procentowej zawartości α -naftyloaminy w naftionianie sodowym.

lowym do kreski. Tak przygotowane roztwory odpowiadają: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5-procentowej zawartości α -naftyloaminy w naftionianie sodowym.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. Na płytkę szklaną pokrytą żelem krzemionkowym nanieść, na wysokości 2 cm od dolnej krawędzi płytki, dwa razy po 0,005 cm³ roztworu badanego oraz roztworów wzorcowych. Odległość pomiędzy naniesionymi roztworami powinna wynosić 2 cm. Płytkę zanurzyć do eluentu na wysokość 1 cm. Chromatogram rozwijać w temperaturze pokojowej w czasie 45 min, po czym chromatogram wyjąć, wysuszyć na powietrzu i spryskać odczynnikiem Erlicha, ponownie wysuszyć i ocenić wzrokowo, porównując badane plamy w naftionianie sodowym z plamami skali wzorcowej. Porównania dokonać okiem nieuzbrojonym w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

5.4.4.3. Wynik. Naftionian sodowy odpowiada wymaganiom normy w zakresie zawartości α -naftyloaminy, jeżeli intensywność zabarwienia plamki α -naftyloaminy w badanym roztworze jest równa lub mniejsza od intensywności zabarwienia plamki wzorcowego roztworu zawierającego 0,30/0 α -naftyloaminy w naftionianie sodowym.

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 naftionianu sodowego technicznego należy uznać za odpowiadającą wymaganiom normy, jeżeli wyniki badań wg 5.1 są zgodne z wymaganiami wg 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii produktu wytwórca obowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Przemysłu Barwników ORGANIKA-BORUTA w Zgierz.

2. 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-75/M-78218 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe dwuwieżściowe bez skrzydeł, drewniane 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-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki

Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu 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. Mon. Pol. nr 24, poz. 123.

3. Norma zagraniczna

Indie IS:3229—1973 Specyfikacja dla kwasu naftionowego (sód).

4. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-69/MPCh/O-2807 w zakresie produktu technicznego.

5. Autor projektu normy — Kazimiera Cinkusz Zakłady Przemysłu Barwników ORGANIKA-BORUTA w Zgierz.