UKD 662 749 433 2 547 655 1 SWW 1243 562

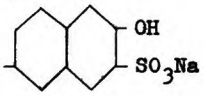
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA Produkty organiczne **Sól R**	**BN-75** **6026-21** Zamiast BN 65/6026 21 Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest Sól R otrzymywana z betanaftolu przez sulfonowanie monohydratem. Sól R ma:

a) wzór sumaryczny – $C_{10}H_6O_7S_2Na_2$

b) wzór budowy –



c) masę cząsteczkową – soli R 348,262 (1962 r)
– kwasu R 304,28 (1962 r.)

d) nazwę systematyczną – sól sodowa kwasu 2-hydroksy-naftaleno-3,6-dwusulfonowego.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Sól R ma zastosowanie w przemyśle barwników i przetworów papierowych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział

2.1.1. Postacie. W zależności od konsystencji rozróżnia się dwie postacie Soli R:proszek i pastę.

2.1.2. Gatunki.W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się w postaci proszku 3 gatunki Soli R oznaczone: S (specjalna) oraz I i II.

2.2. Przykład oznaczenia Soli R w postaci proszku, gatunku specjalnego:

SÓL R proszek S BN-75/6026-21

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny.Sól R w postaci proszku powinna mieć barwę jasnoszarą, a w postaci pasty – barwę szarą.

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

Tablica 1

Wymagania	Proszek			Pasta
	S	I	II	
1	2	3	4	5
a) Zawartość Soli R w przeliczeniu na kwas R,%, nie mniej niż	70	70	65	45
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego, w przeliczeniu na produkt 100-procentowy, %, nie więcej niż	1,2	1,2	1,5	1,5
c) Zawartość soli G, w przeliczeniu na produkt 100-procentowy, %, nie więcej niż	0,5	1,5	2	2
d) Zawartość soli Schäffera, w przeliczeniu na produkt 100-procentowy, %, nie więcej niż	0,5	nie oznacza się		
e) Zawartość kwasu 2-naftolo,3,6,8-trójsulfonowego, w przeliczeniu na produkt 100-procentowy, %, nie więcej niż	0,5	nie oznacza się		
f) Rozpuszczalność w roztworze wodorotlenku sodowego	całkowita wg 5.4.5.3.	nie oznacza się		

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Sól R należy pakować do beczek drewnianych wg PN-68/O-79352 pojemności 115 dm^3.

Sól R w postaci proszku, przeznaczoną na export należy uprzednio zapakować w worek polietylenowy

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 6 lutego 1975 r
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1976 r
(Dz Norm i Miar nr 9/1975 poz 31)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1975 Wpływ do WN 19 6 75 Oddano do składu 30 7 75 Druk ukończono w listopadzie 75 Cena zł 2 40
Obj.0,55a w Nakład 2300+54 egz. Zam. 2350/75

wg BN-70/6414-06. Na każdym opakowaniu należy umieścic napis zawierający co najmniej:

a) nazwę lub znak wytwórni,
b) oznaczenie wg 2.2,
c) numer partii,
d) masę brutto i netto,
e) datę produkcji.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, Sól R w opakowaniach transportowych należy formować w jednostki ładunkowe przy użyciu palet 800 X 1200 mm zgodnych z normą PN-68/M-78218. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Sól R opakowaną wg 4.1 należy przechowywac w suchych pomieszczeniach magazynowych. Okres przechowywania dla Soli R:

- w postaci proszku - nieograniczony,
- w postaci pasty - nie dłuższy niż 24 miesiące.

4.4. Transport. Sól R opakowaną wg 4.1 można przewozic dowolnymi środkami transportu, chroniącymi przed działaniem szkodliwych warunków atmosferycznych. Środek przewozowy przed załadowaniem należy przygotowac usuwając gwoździe, zabezpieczenie srub, haków itp. wystających części, które mogą spowodowac uszkodzenie opakowan. Opakowania z Solą R należy ustawić 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 Solą R należy ładowac do granic wykorzystania wagonu wg Przepisów o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

W transporcie samochodowym opakowania z Solą R należy ładowac zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodow ciężarowych i przyczep.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badan

a) sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1),
b) oznaczanie zawartości Soli R w przeliczeniu na kwas R (3.2a),
c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego (3.2b),
d) oznaczanie zawartości Soli G (3.2c),
e) oznaczanie zawartosci Soli Schäffera (3.2d),
f) oznaczanie zawartosci kwasu 2-naftolo-3,6,8-trójsulfonowego (3 2e),
g) oznaczanie rozpuszczalności w roztworze wodorotlenku sodowego (3.2f).

5.2. Wielkośc partii. Górną granicę partii stanowi 700 kg produktu.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosowac wytyczne podane w PN-67/C-04500. Z każdej partii, w zależnosci od jej liczności, należy wybrac w sposob losowy do pobrania prób liczbę opakowan wg tabl.2.

Tablica 2

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

Próbki Soli R, w zależności od postaci, należy pobierać jednym z próbników do produktów sypkich lub ciastowatych 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 pierwotne 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 o masie 400 g. Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części i umieścić w dwóch naczyniach. Jedną próbkę przeznaczyć do badan kontrolnych, drugą zachować do analizy rozjemczej. Próbki do analizy rozjemczej należy przechowywać w ciągu 3 miesięcy, a dla produktu przeznaczonego na export - 6 miesięcy.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości Soli R w przeliczeniu na kwas R

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Jod cz.d.a., roztwór 0,1n.
b) Kwaśny węglan sodowy cz.
c) Skrobia cz., roztwór 1-procentowy.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanej Soli R odważyc z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 400 cm^3 i rozpuścić w 150cm^3 wody. Otrzymany roztwór przelać do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3, dopełnić wodą do kreski i wymieszać kilkakrotnie potrząsając kolbą. Odmierzyć pipetą z kolby 25 cm^3 roztworu do zlewki pojemności 500 cm^3, dodać 200 cm^3 wody, 5 g kwasnego węglanu sodowego i miareczkować roztworem jodu do wystąpienia barwy jasnożółtej. Następnie dodać 2 cm^3 roztworu skrobi i dalej miareczkować do momentu, gdy roztwór od jednej kropli jodu zabarwi się na kolor niebieski utrzymujący się w ciągu 5 min.

5.4.2.3. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość Soli R (X) w przeliczeniu na kwas R, obliczyc w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0{,}015215 \cdot 20 \cdot 100}{m} = \frac{30{,}43 \cdot V}{m}$$

w którym

V - objętość ściśle 0,1n roztworu jodu zużytego do miareczkowania, cm^3,
0,015215 - ilość kwasu R odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1n roztworu jodu, g,
m - odważka badanej próbki, g.

5.4.2.4. Dopuszczalna różnica między wynikami. Pod uwagę bierze się wyniki rozniące się między sobą więcej niż o 0,5%

5.4.2.5. Wynik koncowy oznaczania. Za wynik koncowy oznaczania należy przyjąc srednią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczań zgodnych z treścią 5.4.2.4.

5.4.3. Oznaczanie zawartosci 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) Papierki uniwersalne.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. 5 g Soli R odważyć z dokładnoscią do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 500 cm^3, rozpuścić w 100 cm^3 wody, dodać 30 cm^3 roztworu węglanu sodowego, podgrzać do temperatury około 45°C i odstawic na 10 min. Otrzymany roztwór przesączyć na lejku analitycznym przez uprzednio wysuszony w temperaturze około 100°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g sączek ilościowy średniej twardości (przed sączeniem sączek zwilżyc wodą). Osad na sączku przemyć wodą do zaniku reakcji alkalicznej na papierek uniwersalny. Sączek z osadem wysuszyć w temperaturze około 100°C do stałej masy i zważyc z dokładnoscią do 0,0002g

5.4.3.3. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartośc substancji nierozpuszczalnych w roztworze węglanu sodowego (X_1) w przeliczeniu na produkt 100-procentowy obliczyc 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 badanej próbki, g,

X - zawartość soli R wg 5.4.2.5, %.

5.4.3.4. Dopuszczalna różnica między wynikami. Pod uwagę bierze się wyniki nie różniące się między sobą więcej niż o 0,5%.

5.4.3.5. Wynik końcowy oznaczania Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczań zgodnych z treścią 5.4.3.4.

5.4.4. Oznaczanie zawartosci Soli G, Soli Schäffera i kwasu 2- naftolo-3,6,8-trójsulfonowego, w przeliczeniu na produkt 100-procentowy metodą chromatografii bibułowej

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Bibuła chromatograficzna Whatman 4 lub Filtrak FN 1, zaimpregnowana 1,5-procentowym roztworem chlorku strontowego cz.d.a.

b) Dwuazozwiązek p-nitroaniliny zbuforowany octanem sodu, roztwór 0,001n.

c) Roztwór rozwijający przygotowany następująco: do 70 cm^3 propanolu cz.d.a. dodać 30 cm^3 wody, 4 g chlorku strontowego cz.d.a. i wymieszać.

d) Roztwór badanej Soli R przygotowany następująco. odważyc 4 g z dokładnoscią do 0,0002 g badanej soli R (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy), przenieść do zlewki pojemnosci 100 cm^3 rozpuścić w 50 cm^3 wody, dodać 5 cm^3 amoniaku cz.d.a. Roztwór przenieść do kolby pojemności 100 cm^3 i uzupełnić wodą do kreski.

e) Roztwory wzorcowe Soli G, Soli Schäffera i kwasu 2-naftolo-3,6,8-trójsulfonowego przygotować następująco 4-procentowe roztwory w przeliczeniu na 100-procentowe produkty należy wykonac w sposób identyczny, jak przygotowanie roztworu badanej Soli R. Przy rozpuszczaniu Soli Schäffera należy roztwór podgrzać do 60°C. Z przygotowanych roztworów (Soli G, Soli Schäffera i kwasu 2-naftolo-3,6,8-trojsulfonowego) należy odmierzac do 8 kolb pojemności 100 cm^3 kolejno po 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 cm^3, każdego z tych roztworów. Kolby uzupełnić wodą do kreski. W ten sposób przygotowane roztwory zawierają ilości soli G, soli Schäffera i kwasu 2-naftolo-3,6,8-trojsulfonowego odpowiadające kolejno 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5% zawartosci każdego z tych związków w soli R.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. Na bibułę chromatograficzną, w odległosci 2 cm od dolnego brzegu, nanieść po 0,005 cm^3 roztwór badanej Soli R oraz roztwory wzorcowe. Odległości między naniesionymi roztworami powinny wynosić 2 cm. Bibułę wysuszyć i umieścic w komorze chromatograficznej zawierającej roztwór rozwijający wg 5.4.4.1 c). Chromatogram rozwijać metodą wstępującą, w temperaturze pokojowej, w czasie nie krótszym niż 10 godz. Następnie chromatogram wyjąc, wysuszyć, spryskać zdwuazowaną p-nitroaniliną, ponownie wysuszyć i ocenić wzrokowo, porównując barwne plamy w badanej Soli R z plamami skali wzorcowej. Porównania przeprowadzić nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

5.4.5. Oznaczanie rozpuszczalnosci w wodorotlenku sodowym

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Papierki fenoloftaleinowe.

b) Wodorotlenek sodowy cz. roztwór 30-procentowy.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. 20 g badanej Soli R (w przeliczeniu na produkt 100-procentowy) odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 250 cm^3, dodać 90 cm^3 wody, podgrzać na łaźni wodnej do temperatury 45°C i dodać wodorotlenku sodowego reakcji alkalicznej na papierek fenoloftaleinowy.

5.4.5.3. Ocena wyniku. Sól R odpowiada wymaganiom normy w zakresie rozpuszczalności, jeżeli od-

wazka badanej Soli R rozpuszcza się całkowicie, dając klarowny roztwór.

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

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej wysyłki produktu wytwórca obowiązany jest 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-65/6026-21

a) wprowadzono gatunek specjalny,

b) wycofano II gatunek pasty (produkcja mechaniczna),

c) zastosowano metodę chromatografii bibułowej do oznaczania soli G zamiast dotychczasowej metody przez dwuazowanie,

d) wprowadzono chromatograficzne oznaczanie soli Schäffera i kwasu 2-naftolo-3,6,8-trójsulfonowego,

e) wprowadzono oznaczanie rozpuszczalności w wodorotlenku sodowym,

f) zastosowano roztwór węglanu sodowego zamiast wody, przy oznaczaniu substancji nierozpuszczalnych, co zaostrza kryteria oceny,

g) zrezygnowano z oznaczania zawartości kwasów mineralnych i wody.

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 dwupłytowe drewniane nieodwracalne dwuwejściowe bez skrzydeł

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

BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

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

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7.III.1963r. (Mon.Pol.nr 24, poz.123)

4. Autorzy projektu normy - mgr Danuta Czarnecka,techn. Kazimiera Cinkusz - ZPB. BORUTA w Zgierzu.

1 W punkcie **5 4 2 4** Dopuszczalne różnice między wynikami zamiast Pod uwagę bierze się wyniki różniące się między sobą więcej niz 0,5%, powinno byc Pod uwagę bierze się wyniki nie różniące się między sobą więcej niz o 0,5%

2 W punkcie **5 4 5 2** Wykonanie oznaczenia w ostatniej części zdania powinno być i dodać wodorotlenku sodowego do reakcji alkalicznej na papierek fenoloftaleinowy

3 W INFORMACJACH DODATKOWYCH p 2 b) zamiast wycofano II gatunek pasty (produkcja mechaniczna) powinno być Wycofano II gatunek pasty (produkcja zaniechana)

(Biuletyn PKNiM nr 8/77 poz 71)