

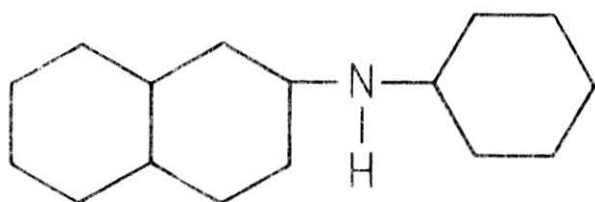
ŚRODKI POMOCNICZE	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Środki pomocnicze dla przemysłu gumowego <b>Fenylobetanaftyloamina</b>	6064-08
		Grupa katalogowa X 95 <sup>1)</sup>

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest fenylobetanaftyloamina otrzymywana przez kondensację  $\beta$ -naftolu z aniliną, stosowana jako antyutleniacz w przemyśle gumowym oraz w innych przemysłach.

Fenylobetanaftyloamina ma:

- a) wzór sumaryczny  $C_{16}H_{13}N$ ,
- b) wzór budowy



- c) masę cząsteczkową 219,272 (1963).

## 1.2. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN/C-04514 Oznaczanie temperatury krzepnięcia substancji organicznych
- PN-60/C-04516 Przyspieszacze wulkanizacji. Metody badań
- PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych
- PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach
- PN-70/C-77001 Mydło do prania
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

<sup>1)</sup> Symbol wg SWW: 1283-311.

- PN-65/O-79035 Opakowania transportowe. Worki z tkanin włókienniczych. Szereg wymiarowy
- PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe
- PN-69/P-84535 Worki z włókien łykowych. Wymagania ogólne i badania

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Odmiany.** Ze względu na postać produktu fenylobetanaftyloaminę dzieli się na trzy odmiany oznaczone symbolami:

- M — mielona,
- Ł — łuskowana,
- T — topiona.

**2.2. Gatunki.** W zależności od wielkości pozostałości na sicie w odmianie M rozróżnia się dwa gatunki, oznaczone cyframi rzymskimi I, II oraz w zależności od temperatury krzepnięcia w odmianie T rozróżnia się dwa gatunki, oznaczone cyframi I i II.

**2.3. Przykład oznaczenia** fenylobetanaftyloaminy topionej gatunku I:

FENYLOBETANAFTYLOAMINA T I BN-73/6064-08  
SWW 1283-311

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wygląd zewnętrzny.** Fenylobetanaftyloamina M powinna być proszkiem barwy białej do jasnopopielatej. Fenylobetanaftyloamina Ł powinna mieć postać łusek barwy od jasnoszarej do jasnobrązowej. Fenylobetanaftyloamina T powinna być ciałem stałym barwy jasnobrązowej.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 5 czerwca 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1974 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 35/1973 poz. 108)

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

Tablica 1

Wymagania	Odmiany				
	M		Ł	T	
	gatunki			gatunki	
	I	II	I	II	
a) Temperatura początku topnienia, °C, nie niższa niż	106,5	106,5	106,5	nie oznacza się	
b) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż	nie oznacza się			106,5	105,5
c) $\beta$ -Naftolu, %, nie więcej niż	0,5	0,5	0,6	0,6	0,6
d) Wody, %, nie więcej niż	0,2	0,2	0,3	0,3	0,3
e) Pozostałość na sicie o boku oczka kwadratowego 0,15 mm, %, nie więcej niż	0,1	0,2	nie oznacza się		
f) Pozostałość na sicie o boku oczka kwadratowego 0,063 mm, %, nie więcej niż	0,3	nie oznacza się			
g) Pozostałość po spopieleniu, %, nie więcej niż	0,1	0,1	0,2	0,2	0,2

1) Fenylobetanaftyloamina mielona powinna zachować stopień rozdrobnienia co najmniej w ciągu 3 miesięcy, licząc od daty wysłania do odbiorców w kraju i w ciągu 6 miesięcy — licząc od daty wysłania do odbiorcy zagranicznego.

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Fenylobetanaftyloaminę topioną należy pakować do cystern stalowych zaopatrzonych w urządzenia grzejne oraz w opłaszczony spust dolny. Fenylobetanaftyloaminę mieloną oraz łuskowaną należy pakować po 40 kg do worków papierowych pięciowarstwowych Ok4+1AP100 wg PN-70/P-79005. Sposób zamknięcia i wymiary worków papierowych powinny być zgodne z PN-68/O-79027. Przy wysyłkach drobnicowych worki papierowe z fenylobetanaftyloaminą należy dodatkowo umieszczać w workach jutowych wg PN-69/P-84535. Wymiary tych worków powinny być zgodne z PN-65/O-79035.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-67/O-79252 w sposób widoczny, umieszczając na każdym opakowaniu lub cysternie napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.3,
- numer partii i datę produkcji,
- masę brutto i netto.

Pakowanie i znakowanie partii eksportowych należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

**4.2. Przechowywanie.** Fenylobetanaftyloaminę mieloną oraz łuskowaną należy przechowywać w szczelnie zamkniętych opakowaniach, w krytych i suchych pomieszczeniach, ułożoną trójwarstwowo na drewnianych paletach z dala od przewodów wodociągowych, kanalizacyjnych

i grzejnych. Między workami a ścianą pomieszczenia powinien być odstęp nie mniejszy niż 0,5 m. Fenylobetanaftyloaminę topioną należy przechowywać w szczelnie zamkniętych zbiornikach, zaopatrzonych w węzownice grzejne.

**4.3. Transport.** Fenylobetanaftyloaminę topioną należy przewozić w cysternach stalowych zaopatrzonych w urządzenie grzejne oraz w opłaszczony spust dolny. Fenylobetanaftyloaminę mieloną i łuskowaną w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu z zachowaniem warunków wg 4.2. Przy przewozie koleją fenylobetanaftyloaminę w workach należy ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu w sposób zgodny z przepisami kolejowymi<sup>1)</sup>.

## 5. BADANIA

## 5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie temperatury początku topnienia (3.2a),
- oznaczanie temperatury krzepnięcia (3.2b),
- oznaczanie zawartości  $\beta$ -naftolu (3.2c),
- oznaczanie zawartości wody (3.2d),
- oznaczanie pozostałości na sicie o boku oczka kwadratowego 0,15 mm (3.2e),
- oznaczanie pozostałości na sicie o boku oczka kwadratowego 0,063 mm (3.2f),
- oznaczanie pozostałości po spopieleniu (3.2g).

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



**5.2. Wielkość partii.** Partię fenylobetanaftyloaminy topionej stanowi zawartość cysterny. Partię fenylobetanaftyloaminy mielonej oraz łuskowanej stanowi najwyżej 125 worków.

**5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej** — wg PN-67/C-04500. Próbki należy pobierać:

- z każdej cysterny,
- z worków pobranych losowo w liczbie zależnej od liczby opakowań w partii wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy pobrać do pobrania próbek
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 125	14

Próbki fenylobetanaftyloaminy topionej należy pobierać zgłębnikiem nr 1 wg PN/C-60008 lub szklaną rurą o zwężonym przekroju przed zestawieniem produktu u producenta, a po stopieniu — u odbiorcy. Próbki fenylobetanaftyloaminy mielonej i łuskowanej należy pobierać zgłębnikiem nr 5 wg PN/C-60010. Ilość pobieranych próbek z jednego opakowania powinna być taka, żeby masa średniej próbki laboratoryjnej nie była mniejsza niż 1500 g. Próbki do analizy kontrolnej należy przechowywać w suchych słoikach z doszlifowanymi korkami przez 3 miesiące, licząc od daty wysłania produktu, a z partii przeznaczonych na eksport — 6 miesięcy.

#### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Oznaczanie temperatury początku topnienia** — wg PN-60/C-04516.

**5.4.2. Oznaczanie temperatury krzepnięcia** — wg PN/C-04514.

#### 5.4.3. Oznaczanie zawartości $\beta$ -naftolu

##### 5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- Azotyn sodowy, cz., roztwór 0,5n.
- Kwas octowy cz., roztwór 10-procentowy.
- Kwas H cz., roztwór 1-procentowy soli jednosodowej kwasu H w 10-procentowym roztworze węglanu sodowego cz.
- Kwas solny cz.d.a. (1,16).
- Węglan sodowy cz., roztwór 10-procentowy.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1n.
- Zdwoazowana anilina, roztwór 0,1n przygotowany w następujący sposób: w zlewce pojem-

ności 100 cm<sup>3</sup> odważyć 1,862 g aniliny świeżo destylowanej, dodać 20 cm<sup>3</sup> wody i 45 cm<sup>3</sup> kwasu solnego. Zlewkę umieścić w łaźni chłodzonej do temperatury poniżej 5°C i dodawać z biurety roztwór azotynu sodowego aż do chwili, gdy papierek jodoskrobiowy zwilżony roztworem zdwoazowanej aniliny zabarwi się na niebiesko. Podczas zdwoazowania temperatura roztworu nie powinna przekroczyć 5°C. Po zakończonej reakcji zdwoazowania zawartość zlewki przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200 cm<sup>3</sup> i uzupełnić do kreski zimną wodą. Tak przygotowany roztwór zdwoazowanej aniliny należy przechowywać w naczyniu z ciemnego szkła i w niskiej temperaturze. Roztwór jest trwały przez 4 godz od chwili przygotowania.

**5.4.3.2. Wykonanie oznaczania.** 10 g fenylobetanaftyloaminy, odważonej z dokładnością do 0,01 g, zmieszać w grubościenniej zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup> z 65 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego. Zawartość zlewki ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 30 min. Osad odsączyć na lejku Büchnera i przemyć 200 ÷ 300 cm<sup>3</sup> gorącej wody. Przesącz i wodę z przemycia wlać do grubościenniej zlewki pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, ostudzić do temperatury około 5°C, zakwasić kwasem octowym do odczynu kwaśnego. Następnie dodać 30 cm<sup>3</sup> roztworu węglanu sodowego i w temperaturze nie wyższej niż 3°C miareczkować roztworem zdwoazowanej aniliny do czasu, gdy kropla roztworu umieszczona na bibule filtracyjnej z roztworem soli sodowej kwasu H zabarwi się na czerwono. Wówczas miareczkowanie należy przerwać i po 3 min próbę na bibule powtórzyć. Miareczkowanie należy uznać za zakończone w przypadku ponownego wystąpienia czerwonego zabarwienia.

Zawartość  $\beta$ -naftolu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,0144 \cdot V}{m} \cdot 100$$

w którym:

- V — objętość ściśle 0,1n roztworu zdwoazowanej aniliny zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,
- m — odważka badanego produktu, g,
- 0,0144 — masa betanaftolu odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1n roztworu zdwoazowanej aniliny, g.

**5.4.3.3. Wynik.** Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,025%.

**5.4.4. Oznaczanie zawartości wody** — wg PN-60/C-04516.

### 5.4.5. Oznaczanie pozostałości na sicie

#### 5.4.5.1. Przyrządy i roztwory

a) Sito o średnicy około 200 mm wykonane z siatki fosforo-brązowej o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,15 mm. Oprawa sita powinna być wykonana z tworzywa niekorodującego pod wpływem wody.

b) Sito o średnicy około 200 mm wykonane z siatki fosforo-brązowej o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,063 mm. Oprawa sita powinna być wykonana z tworzywa niekorodującego pod wpływem wody.

c) Pędzel miękki z sierści o średnicy nasady około 20 mm.

d) Roztwór mydła wg PN-70/C-77001, zawierający 10 g mydła w 1500 cm<sup>3</sup> wody.

e) Aceton cz. lub alkohol etylowy cz.

**5.4.5.2. Wykonanie oznaczania.** Około 20 g fenylobetanaftyloaminy mielonej, odważonej z dokładnością do 0,01 g, przesypać na sito uprzednio przemyte acetonem lub alkoholem etylowym i dokładnie wypłukane. Sito z fenylobetanaftyloaminą zanurzyć w roztworze mydła i mieszać do zemułgowania fenylobetanaftyloaminy. Następnie podnosząc i opuszczając sito, stale zanurzone w roztworze mydła, należy fenylobetanaftyloaminę rozprowadzać pędzlem do czasu aż pozostałość na sicie nie będzie się zmniejszać. Wówczas po wyjęciu sita z roztworu mydła pozostałość należy przemyć kilkakrotnie wodą, rozprowadzając ją pędzlem. Po przemyciu, sito z pozostałością su-

szyc w temperaturze 70°C w ciągu 2 godz, a następnie pozostałość przenieść ilościowo do uprzednio zważonego z dokładnością do 0,002 g naczynka wagowego. Naczynko wagowe wraz z pozostałością zważyć z dokładnością do 0,002 g.

Pozostałość na sicie ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

$m_1$  — masa pozostałości na sicie, g,

$m$  — masa badanego produktu, g.

**5.4.5.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,02%.

**5.4.6. Oznaczanie zawartości** po spopieleniu wykonać wg PN-60/C-04516.

**5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb** dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów wg 3.2 należy wykonać zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

**5.6. Ocena wyników badań.** Partię fenylobetanaftyloaminy należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań podanych w 5.1 są zgodne z wymaganiami w 3.2.

**5.7. Zaświadczenie o wynikach badań.** Każda partia wysłanej fenylobetanaftyloaminy powinna mieć zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6064-08

#### 1. Istotne zmiany w stosunku do PN-61/C-83021, ZN-61/MPCh/04-2839 i ZN-65/MPCh/OE-3138

a) wprowadzono podział na odmiany i gatunki,

b) zaostrzono wymagania w odmianie M przez obniżenie zawartości  $\beta$ -naftolu do 0,5% i pozostałości na sicie o boku oczka kwadratowego 0,15 mm do 0,1 w gatunku I i 0,2 — w gatunku II,

c) ujednotwiono sposób badania temperatury topnienia w odmianie M i L przez oznaczanie tego parametru wg PN-60/C-04516,

d) wprowadzono oznaczanie pozostałości na sicie o boku oczka kwadratowego 0,063 mm dla odmiany M gatunku I.

Dotychczas obowiązująca PN-61/C-83021 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1974 r.

#### 2. Odpowiedniki w normach zagranicznych:

Jugosławia JUS H.M3.104 II-1166 Pomocna aredstwa za gumu. Fenil- $\beta$ -naftilamin — norma nierównoważna.

Rumunia STAS 6619-62 Fenil- $\beta$ -naftil-amina — norma nierównoważna.

NRD TGL 8452 Organische Zwischenprodukte. Phenyl- $\beta$ -naphtylamin technisch — norma nierównoważna.

#### 3. Przepisy dotyczące transportu

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