

ŚRODKI POMOCNICZE	NORMA BRANŻOWA	BN-81
	Środki pomocnicze dla przemysłu gumowego Przyspieszacz Tioheksam	6064-09
		Zamiast BN-73/6064-09
		Grupa katalogowa 1095

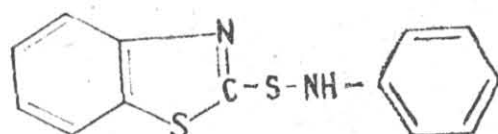
1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest przyspieszacz opóźnionego działania o nazwie handlowej Tioheksam, stosowany w przemyśle gumowym do wulkanizacji mieszanek kauczukowych.

Przyspieszacz Tioheksam ma:

- a) nazwę chemiczną — *N*-cykloheksylo-2-benzotiazylsulfenamid,
b) wzór sumaryczny — $C_{13}H_{16}S_2N_2$,

c) wzór budowy



d) masę cząsteczkową — 264,41.

b) proszek olejowany o zmniejszonej pylistości uzyskanej przez dodanie oleju mineralnego.

2.2. Przykład oznaczenia

PRZYSPIESZACZ TIOHEKSAM PROSZEK BN-81/6064-09

3. WYMAGANIA I BADANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Przyspieszacz Tioheksam powinien być proszkiem barwy jasnoszarej do kremowej.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne oraz metody badań — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Odmiany		Metody badań wg
	proszek	proszek olejowany	
a) Temperatura początku topnienia, °C, nie niższa niż	92	90	3.7.2
b) Części lotnych, %, nie więcej niż	0,7	1,0	BN-79/6060-19 p. 2.3; suszyć w temperaturze 45 ÷ 50 °C
c) Popiołu, %, nie więcej niż	0,8		BN-79/6060-19 p. 2.4
d) Odsiew na sicie o boku oczka kwadratowego 0,063 mm, %, nie więcej niż ¹⁾	0,8		BN-79/6060-19 p. 2.2; suszyć w temperaturze 45 ÷ 50 °C
e) Substancji nierozpuszczalnych w metanolu, %, nie więcej niż	5,0		3.7.3
f) Żelaza, %, nie więcej niż	0,1		BN-79/6060-19 p. 8.6
g) Manganu, %, nie więcej niż	0,001		BN-79/6060-19 p. 2.7
h) Miedzi, %, nie więcej niż	0,001		BN-79/6060-19 p. 2.8
i) Oleju, %	—	3 ± 1,5	3.7.4

¹⁾ Na każdorazowe żądanie odbiorcy, producent obowiązany jest dostarczyć Przyspieszacz Tioheksam o odsiewie na sicie, %, nie więcej niż 0,5.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. Przyspieszacz Tioheksam wytwarzany jest w dwu odmianach:

- a) proszek,

3.3. Trwałość. Przyspieszacz Tioheksam opakowany i przechowywany zgodnie z rozdz. 4 powinien odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 przez okres co najmniej jednego roku licząc od daty wyprodukowania.

3.4. Program badań — wg tabl. 2.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 24 stycznia 1981 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1981 poz. 36)

Tablica 2

Lp.	Rodzaje badań	Zakres badań			
		badania pełne		badania niepełne	
		proszek	proszek olejowany	proszek	proszek olejowany
1	Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego	+	+	+	+
2	Oznaczanie temperatury początku topnienia	+	+	+	+
3	Oznaczanie zawartości części lotnych	+	+	+	+
4	Oznaczanie zawartości popiołu	+	+	+	+
5	Oznaczanie odsiewu na sicie	+	+	+	+
6	Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w metanolu	+	+	—	—
7	Oznaczanie zawartości żelaza	+	+	—	—
8	Oznaczanie zawartości manganu	+	+	—	—
9	Oznaczanie zawartości miedzi	+	+	—	—
10	Oznaczanie zawartości oleju	—	+	—	—

Znak + oznacza badania, które należy przeprowadzić.
Znak — oznacza badania, których się nie przeprowadza.

Badania pełne należy wykonywać raz w miesiącu i każdorazowo na życzenie odbiorcy, ponadto w przypadku zmiany technologii produkcji czy surowców.

3.5. Wielkość partii. Partia Przyspieszacza Tioheksam nie powinna być większa niż 10 000 kg.

3.6. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej — wg PN-67/C-04500. Do pobierania próbek należy używać próbników nr 14 do 16 wg PN-74/C-60008. Masa próbki pierwotnej powinna wynosić co najmniej 200 g, a liczba co najmniej 2 z każdego opakowania wybranego do pobrania próbek. Opakowania, z których mają być pobrane próbki należy wybrać sposobem losowym na ślepo, a ich liczbę ustalić wg tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
powyżej 250	16

Z próbek jednostkowych należy sporządzić próbkę ogólną, a następnie średnią próbkę laboratoryjną w ilości 200 g. Próbkę tę należy podzielić na dwie równe części, z których jedną przeznaczyć do wykonania badań, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej przez 3 miesiące, licząc od daty wysłania produktu — w przypadku wysyłek krajowych i 6 miesięcy — w przypadku eksportu.

3.7. Opis badań

3.7.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych wykonać organoleptycznie.

3.7.2. Oznaczanie temperatury początku topnienia wykonać wg BN-79/6060-19 p. 2.1, używając termometru o zakresie pomiarowym 50 ÷ 100 °C. Pró-

bkę badanego przyspieszacza wysuszyć do stałej masy w temperaturze 50 ± 2 °C. Suszenie powinno trwać około 2 h.

3.7.3. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w metanolu

3.7.3.1. Odczynniki. Metanol cz.d.a.

3.7.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 1 g badanego przyspieszacza, wysuszonego przez 2 h w temperaturze 50 ± 2 °C i ostudzonego do temperatury pokojowej. Przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ i wlać do niej 100 cm³ metanolu. Zawartość kolby wytrząsać przez 15 min, a następnie przesączyć przez sączek Schota nr 3, uprzednio wysuszony i zważony do stałej masy. Osad na sączku przemyć kilkoma porcjami metanolu, wysuszyć do stałej masy w temperaturze 50 ± 2 °C, ostudzić w eksykatorze i zważyć.

Zawartość części nierozpuszczalnych w metanolu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa tygła z osadem, g,

m_2 — masa tygła, g,

m_3 — masa badanej próbki, g.

3.7.3.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwu równoległych oznaczeń, nie różniących się od siebie więcej niż o 0,5% bezwzględnych.

3.7.4. Oznaczanie zawartości oleju

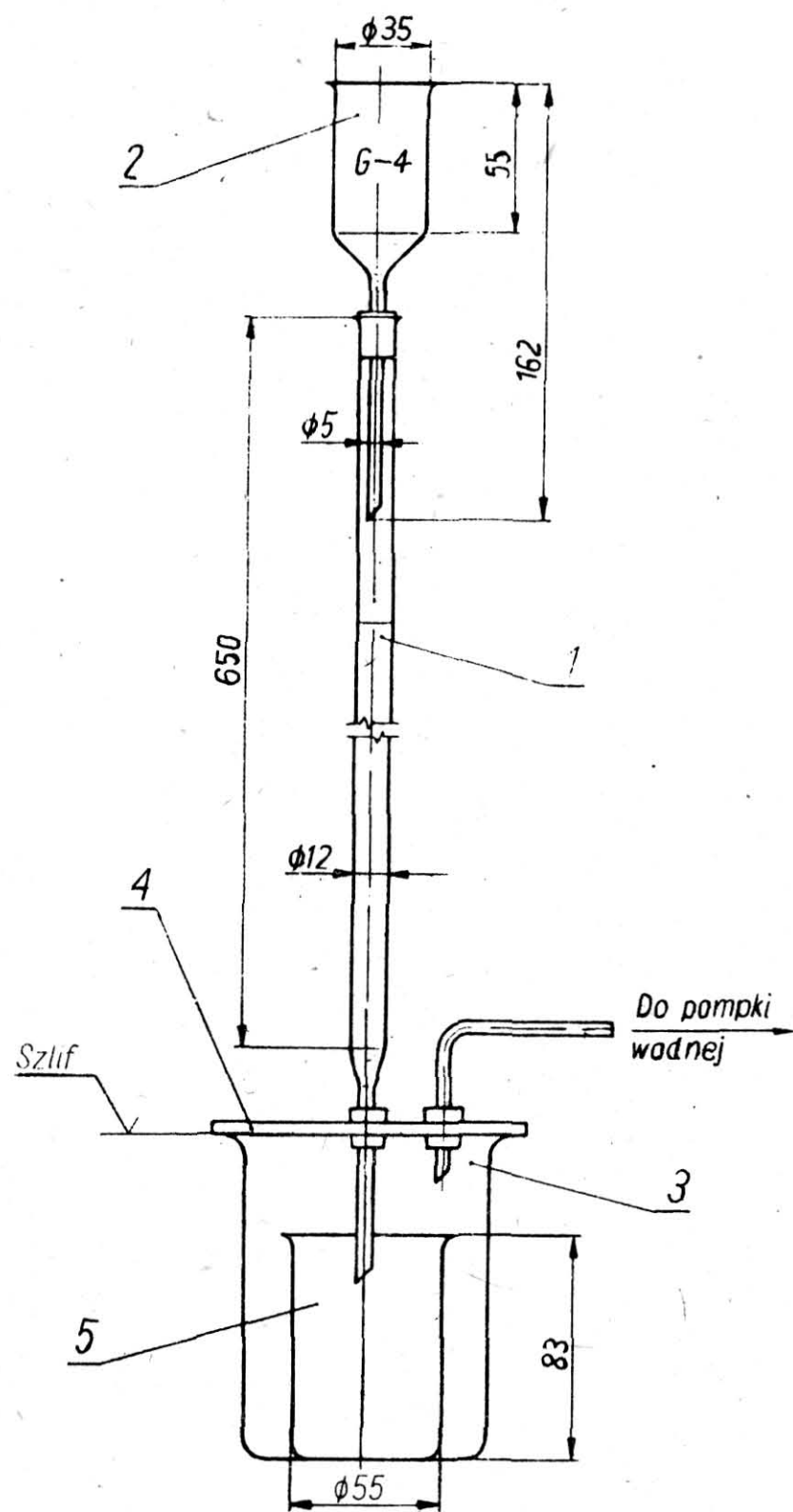
3.7.4.1. Zasada oznaczania polega na rozdzieleniu oleju od części rozpuszczalnych w eterze naftowym metodą adsorpcyjno-elucyjną na kolumnie chromatograficznej wypełnionej żelazem krzemionkowym, a następnie odparowaniu ekstraktu eterowego zawierającego olej.

3.7.4.2. Aparatura i przyrządy

a) Aparat do oznaczania oleju w Przyspieszaczu Tioheksam, wg rysunku.

b) Pompka wodna.

c) Rozdzielacz pojemności 100 cm³.



1 — szklana kolumna chromatograficzna, 2 — sącdek z dnem ze spiekane go szkła G4, 3 — naczynia szklane z doszlifowaną krawędzią w miejsca styku z pokrywą 4, 4 — pokrywa z winiduru lub innego tworzywa, ze szlifem w miejscu styku z naczyniem 3, 5 — zlewka szklana pojemności 150 cm³

3.7.4.3. Odczynniki

a) Eter naftowy cz.d.a. o temperaturze wrzenia 40 ÷ 60 °C.

b) Żel krzemionkowy o średnicy ziaren 0,15 ÷ 0,43 mm.

3.7.4.4. Przygotowanie kolumny chromatograficznej. Żel krzemionkowy aktywować w ciągu 5 h przez suszenie w piecu muflowym w temperaturze 180 ± 20 °C. Następnie odważyć 25 g żelu z dokładnością do 0,1 g i podzielić na 5 części.

W miejscu zwięzienia kolumny 1 umieścić tampon

z waty, a następnie wsypać do kolumny pierwszą z pięciu części żelu krzemionkowego i opukiwać kolumnę drewnianym precikiem do momentu ustalenia się objętości żelu. W ten sam sposób wsypać pozostałe części żelu, ubijając go jak poprzednie. Po napełnieniu kolumny pokryć wypełnienie watą. Wysokość wypełnienia kolumny żelem powinna wynosić około 40 cm.

Zważyć zlewkę 5 z dokładnością do 0,0001 g. Zestawić aparat zgodnie z rysunkiem. Połączyć naczynie 3 z pompką wodną.

3.7.4.5. Wykonanie oznaczania. Umieścić w zlewce pojemności 100 cm³ 5 g badanego Przyspieszacza Tioheksam, odważonego z dokładnością do 0,0001 g. Dodać 50 cm³ eteru naftowego. Przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i pozostawić na 10 min, mieszając od czasu do czasu. Następnie przesączyć roztwór eterowy przez sącdek G4 umieszczony na kolumnie chromatograficznej. Przemycić pozostałość w zlewce i na sączku 45 cm³ eteru naftowego, dzieląc go na 5 porcji. Ubić osad na sączku i odciągnąć całkowicie eter.

Wcześniej przygotować 80 cm³ eteru naftowego w rozdzielaczu pojemności 100 cm³. Zdjąć sącdek 2 z kolumny 1 i umocować na niej rozdzielacz z eterem naftowym. Przemycić kolumnę 80 cm³ eteru z rozdzielacza, dozując go w sposób zapewniający utrzymanie się niezmięnionej objętości nad wypełnieniem. Podczas wykonywania oznaczania, szybkość wypływającego z kolumny eteru powinna wynosić 25 ÷ 30 kropeł na 10 s. Po przemyciu kolumny wyjąć zlewkę 5 z naczynia i odparować eter na łaźni wodnej pod dygestorium, nie doprowadzając do gwałtownego wrzenia. Po odparowaniu eteru suszyć zlewkę z olejem w suszarce w ciągu 0,5 h, w temperaturze 45 ± 2 °C i ostudzić w eksykatorze. Po ostudzeniu zważyć z dokładnością do 0,0001 g.

Po rozmyciu zanieczyszczeń w kolumnie chromatograficznej należy żel krzemionkowy zmienić lub oczyścić i przed następnym oznaczaniem przygotować kolumnę na nowo.

Zawartość oleju w Przyspieszaczu Tioheksam (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m_1 — masa zlewki 5 z olejem, g,

m_2 — masa zlewki 5, g,

m_3 — masa badanej próbki, g.

3.7.4.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwu równoległych oznaczeń, nie różniących się od siebie więcej niż o 0,5% bezwzględnych.

3.8. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń powinno być zgodne z PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

3.9. Zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność z wymaganiami normy należy dołączyć do każdej partii wysyłanego produktu.

3.10. Ocena wyników badań. Partię produktu uznaje się za dobrą, jeżeli wyniki badań średniej próbki laboratoryjnej reprezentującej tę partię są zgodne z wymaganiami podanymi w rozdz. 3.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Przyspieszacz Tioheksam należy pakować po 25 kg w worki papierowe 1822-22/OS-3+ +1 AS, o wymiarach 1100 × 500 × 100 wg PN-76/P-79005. Napelnione worki należy zamknąć przez zszycie. Dopuszcza się stosowanie innych rodzajów opakowań, po uzgodnieniu między odbiorcą i dostawcą, pod warunkiem że będą zabezpieczać produkt nie gorzej niż wymienione i będą mieć wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

Znakowanie opakowań powinno być zgodne z PN-76/O-79252. Na każdym opakowaniu powinien być umieszczony trwały napis, zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) numer partii,

- d) datę produkcji,
- e) masę brutto i netto.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach wg PN-81/M-78216. Ładunek na paletach należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Przyspieszacz Tioheksam należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1 w magazynach krytych, w odległości około 0,5 m od urządzeń wodno-kanalizacyjnych, grzejnych i od instalacji elektrycznej; z dala od kwasów, zasad i substancji utleniających.

4.4. Transport. Przyspieszacz Tioheksam w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić dowolnymi, krytymi środkami transportu. Sposób załadowania środków transportowych powinien umożliwiać pełne ich wykorzystanie i powinien być zgodny z obowiązującymi w transporcie Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej oraz Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Opakowania w środku transportowym mogą być ustawiane warstwami. Do transportowania opakowań z Przyspieszaczem Tioheksam można używać palet i kontenerów.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Dolnośląskie Zakłady Chemiczne ORGANIKA, Żarów.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-73/6064-09

- a) wprowadzono nowy podział Przyspieszacza Tioheksam na dwie odmiany: proszek i proszek olejowany,
- b) wprowadzono dodatkowe wymagania dotyczące zawartości oleju oraz sposób oznaczania oleju,
- c) wyeliminowano wymaganie i badanie zawartości części nierozpuszczalnych w eterze etylowym,
- d) wprowadzono wymaganie i badanie zawartości części nierozpuszczalnych w metanolu,
- e) dostosowano metody badań do BN-79/6060-19.

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-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytkowe cztero-
wejściowe bez skrzydeł drewniane 800 × 1200 -EUR

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

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

BN-79/6060-19 Przyspieszacze wulkanizacji. Metody badań

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do DKP (Dz. TiZK z 1968 r. nr 4, poz. 10) wraz z późniejszymi zmianami.

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

4. Symbol wg SWW — 1283-224.

5. Autor projektu normy — Anna Bryg, mgr Barbara Szymańska — Dolnośląskie Zakłady Chemiczne ORGANIKA, Żarów.

6. Wydanie 2 — stan aktualny: październik 1982 — uaktualniono normy związane.