

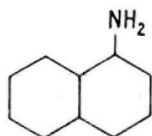
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-80
	Alfanaftyloamina techniczna	6026-32
		Zamiast BN-66/6026-32
		Grupa katalogowa 1021

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest alfanaftyloamina otrzymana przez redukcję alfanitronaftalenu.

Alfanaftyloamina ma:

- wzór sumaryczny $C_{10}H_9N$,
- wzór budowy



- masę cząsteczkową 143,199 (1978).

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Odmiany. Ze względu na postać, rozróżnia się dwie odmiany alfanaftyloaminy, oznaczone symbolami: L — lana, Ł — łuski.

2.2. Przykład oznaczenia alfanaftyloaminy technicznej w łuskach:

ALFANAFTYLOAMINA TECHNICZNA Ł BN-80/6026-32

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Alfanaftyloamina techniczna w postaci lanej lub łusek powinna być barwy piaskowej do szarofioletowej.

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

Tablica 1

Wymagania	
a) Temperatura krystalizacji, °C, nie niższa niż	47
b) Amin, %, nie mniej niż	99
c) Betanaftyloaminy, %, nie więcej niż	1

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Alfanaftyloaminę techniczną należy pakować w bębny ocynkowane z dnem zdejmowanym,

pojemności 200 dm³ wg BN-76/5046-01 oraz w bębny lekkie pojemności 200 dm³ wg BN-76/5046-02.

Znakowanie opakowań jednostkowych wykonać wg PN-76/O-79251, a opakowań transportowych — wg PN-76/O-79252, podając co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- masę brutto i netto,
- nr partii i datę produkcji,
- napis ostrzegawczy: „Ostrożnie — środek szkodliwy”, który powinien być wykonany czerwonymi literami na białym tle i powinien być większy niż inne napisy.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe powinny być formowane na paletach wg PN-76/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przemieszczeniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Alfanaftyloaminę techniczną, w opakowaniach wg 4.1, należy przechowywać w pomieszczeniach magazynowych suchych, przewiewnych, w temperaturze do 25°C.

4.4. Transport. Alfanaftyloaminę techniczną należy przewozić krytymi środkami transportu. Przy przewożeniu koleją należy produkt ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając równocześnie przed przemieszczeniem się w czasie transportu, w sposób zgodny z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

W transporcie samochodowym należy ładować produkt zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie temperatury krystalizacji (3.2a),
- oznaczanie zawartości amin (3.2b),
- oznaczanie zawartości betanaftyloaminy (3.2c).

5.2. Wielkość partii. Partię alfanaftyloaminy technicznej stanowi najwyżej 6 t wyrobu.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 23 października 1980 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 1/1981 poz. 3)

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać wg PN-67/C-04500. Z przedstawionej do badań partii wylosować liczbę opakowań podaną w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobierania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
powyżej 250	16

Z każdego wylosowanego opakowania pobierać z całej warstwy produktu próbnikiem nr 14 wg PN-74/C-60008 taką liczbę próbek, aby po sporządzeniu próbki ogólnej (i wymieszaniu jej) można było wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o masie 500 g. Próbkę tę podzielić na dwie równe części. Jedną przekazać do badań, a drugą przeznaczyć do analiz rozjemczych, przechowując w ciągu 6 miesięcy w warunkach zabezpieczających produkt przed zmianą własności fizycznych i chemicznych.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczenie temperatury krystalizacji wykonać wg PN-75/C-04514. Próbkę alfanaftyloaminy przed oznaczeniem należy wysuszyć w temperaturze 130°C w ciągu 30 min.

5.4.3. Oznaczenie amin

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz. (1,18).
- Azotyn sodowy cz., roztwór 1N.
- Papierki jodoskrobiowe.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczenia. Odważyć około 5 g badanego produktu, z dokładnością do 0,01 g. Odważkę przenieść do zlewki pojemności 1500 cm³, dodać 300 cm³ wody i ogrzewać na łaźni wodnej do stopienia się alfanaftyloaminy, następnie mieszając wlać 30 cm³ kwasu solnego. Po rozpuszczeniu pozostałego chlorowodoru alfanaftyloaminy roztwór rozcieńczyć wodą do objętości 1000 cm³ i schłodzić do temperatury 5 ± 1°C. Oziębiony roztwór intensywnie mieszać i miareczkować azotynem sodowym do trwałego zabarwienia papierka jodoskrobiowego, nie znikającego w ciągu 5 min. Zawartość amin (*X*) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,1432 \cdot V \cdot 100}{m} = \frac{14,32 \cdot V}{m}$$

w którym:

- V* — objętość ściśle 1N roztworu azotynu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
0,1432 — ilość alfanaftyloaminy odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1N roztworu azotynu sodowego, g.

m — odważka badanego produktu, g.

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

5.4.4. Oznaczenie zawartości betanaftyloaminy

5.4.4.1. Zasada oznaczania polega na rozdziale izomeru betanaftyloaminy od głównego składnika alfanaftyloaminy za pomocą chromatografii cienkowarstwowej i wizualnym porównaniu wielkości jej plam z plamą pochodzącą od roztworu wzorcowego, zawierającego znaną ilość betanaftyloaminy. Rozdzielone plamy poszczególnych składników wywołuje się zdwuazowaną paranitroaniliną zbuforowaną 2N roztworem octanu sodowego.

5.4.4.2. Przyrządy i materiały

- Płytki.
- Komora chromatograficzna — naczynie szklane z pokrywą o wymiarach: wysokość 220 mm i średnica 250 mm.
- Pręt szklany oszlifowany.
- Poloplast chirurgiczny.
- Pipeta pojemności 0,2 cm³ lub mikrostrzykawka.
- Rozpylacz szklany.
- Kolby pomiarowe pojemności 100 i 50 cm³.
- Bibuła do sączenia.

5.4.4.3. Odczynniki i roztwory

- Aceton cz.d.a.
- p*-Nitroanilina cz.d.a.
- Azotyn sodowy cz.d.a.
- Octan sodowy cz.d.a., roztwór 2N.
- Kwas solny cz.d.a. (1+1).
- Eluent (faza ruchowa), przygotowany w następujący sposób: zmieszać w częściach obj. 6 części benzenu, 3 części czterochlorku węgla, 1 część octanu etylu.
- Alfanaftyloamina cz.d.a.
- Betanaftyloamina cz.d.a.
- Żel krzemionkowy GF₂₅₄ do chromatografii cienkowarstwowej lub inny o podobnych właściwościach.
- p*-Nitroanilina cz. zdwuazowana, zbuforowana octanem sodowym, 0,002N roztwór przygotowany w następujący sposób: 3 g paranitroaniliny rozpuścić w 100 cm³ kwasu solnego, oziębic do temperatury 5°C i wlać jednorazowo 10 cm³ 20-procentowego roztworu azotynu sodowego. Otrzymany zdwuazowany roztwór paranitroaniliny należy przed samym użyciem rozcieńczyć w stosunku 1:1 octanem sodowym.

5.4.4.4. Przygotowanie komory chromatograficznej.

Komorę wyłożyć od wewnątrz bibułą, włożyć płytkę Petriego dnem do góry i wlać tyle rozpuszczalnika (faza ruchowa), aby bibuła była całkowicie nasiąknięta. Komorę należy szczelnie przykryć, aby nie parował znajdujący się w niej rozpuszczalnik.

5.4.4.5. Przygotowanie płytki chromatograficznej. Powierzchnię płytki chromatograficznej, po jej uprzednim oklejeniu klejem i odtłuszczeniu acetonem, powlec równomiernie zawieszoną przygotowaną z 5 g żelu i 11 cm³ wody tak, aby otrzymać warstwę grubości około 0,3 mm. Płytkę podsuszyć w temperaturze pokojowej przez 15 min, a następnie aktywować w suszar-

ce w temperaturze 105°C w ciągu 30 min. Tak przygotowane płytki przechowywać w eksykatorze.

5.4.4.6. Przygotowanie roztworów wzorcowych i roztworu badanego

a) Roztwór A. Odważyć 0,1 g betanaftyloaminy, z dokładnością do $\pm 0,0002$ g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, rozpuścić w acetonie, dopełnić acetonem do kreski.

b) Roztwór B. Odważyć 0,2 g alfa-naftyloaminy z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, rozpuścić w acetonie, dopełnić acetonem do kreski.

c) Roztwór C. Pobrać pipetą 0,5 cm³ roztworu A, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, uzupełnić roztworem B do kreski. Tak przygotowany roztwór zawiera 1% izomeru beta i 99% izomeru alfa.

d) Roztwór badany D. Odważyć 0,1 g badanej alfa-naftyloaminy z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, rozpuścić w acetonie, dopełnić acetonem do kreski.

5.4.4.7. Wykonanie oznaczania. Na przygotowaną płytkę chromatograficzną nanieść na wysokości 2 cm³ od dolnej krawędzi płytki, pipetą lub mikrostrzykawką, 0,1 cm³ roztworu badanego (D) oraz 0,1 cm³ roztworu wzorcowego (C). Odległość między naniesionymi roz-

tworami powinna wynosić 2 cm. Po odparowaniu rozpuszczalnika płytkę wstawić na 10 min do komory chromatograficznej nasyconej parami rozpuszczalnika w temperaturze 20 \pm 1°C, a następnie zanurzyć do eluentu na wysokość 0,5 cm. Chromatogram rozwijać w temperaturze pokojowej do momentu, gdy czoło rozpuszczalnika osiągnie wysokość około 13 cm (1 h), po czym chromatogram wyjąć, wysuszyć i spryskać zdwuazowaną *p*-nitroaniliną i ponownie wysuszyć i ocenić wzrokowo, porównując plamy z roztworu badanego i z roztworu wzorcowego. Porównanie przeprowadzić nieuzbrojonym okiem w rozproszonym świetle dziennym lub stosując urządzenie do otrzymywania sztucznego światła dziennego wg PN-68/N-02310.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb. Przy zaokrąglaniu i zapisywaniu liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów należy stosować zasady wg PN-70/N-02120 metoda Z.

5.6. Ocena wyników badań. Partię alfa-naftyloaminy należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.1 są zgodne z wymaganiami wg 3.1 i 3.2.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii wysyłanego 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 Chemiczne ORGANIKA-SARZYNA w Nowej Sarzynie.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6026-32

- wprowadzono oznaczanie izomeru betanaftyloaminy,
- uaktualniono sposób pakowania, przechowywania i transportu alfa-naftyloaminy,
- uściślono i rozszerzono wymagania dotyczące pobierania próbek, wprowadzono punkty dotyczące oceny wyników badań.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-75/C-04514 Oznaczanie temperatury krystalizacji substancji organicznych
- PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200-EUR
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-68/N-02310 Iluminanty i źródła sztucznego światła dziennego

PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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

BN-76/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 DKP (do art. 27 Dz. TiZK z 1968 r. ust. 4, p. 4) wraz z późniejszymi zmianami.

Instrukcja o ładowaniu i wyładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 23, poz. 125).

4. Symbol wg SWW — 1243-321.

5. Autor projektu normy — mgr inż. Kazimierz Ratajezak, Janina Zembroń i Kazimierz Rup — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-SARZYNA, Nowa Sarzyna.