

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-67
	Dwunitronaftalen	6026-35
		Zamiast RN-60/MPCh-1634
		Grupa katalogowa X 21

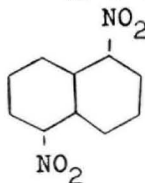
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest dwunitronaftalen otrzymywany przez nitrowanie naftalenu, stanowiący mieszaninę izomerów, głównie 1,5- oraz 1,8-dwunitronaftalenów.

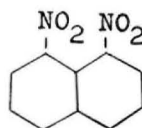
Dwunitronaftalen ma:

a) wzór sumaryczny - $C_{10}H_6O_4N_2$

b) wzór budowy



1,5-dwunitronaftalen



1,8-dwunitronaftalen

c) ciężar cząsteczkowy - 218,174 (1958 r.).

1.2. Zastosowanie. Dwunitronaftalen stosowany jest jako półprodukt do wytwarzania pewnej grupy barwników oraz jako dodatek do materiałów wybuchowych.

1.3. Gatunki. W zależności od temperatury krzepnięcia i zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki dwunitronaftalenu: I i II.

1.4. Odmiany. W zależności od postaci rozróżnia się dwie odmiany dwunitronaftalenu gatunku I:

Ł - w postaci łusek,

G - w postaci granulek.

1.5. Przykład oznaczenia dwunitronaftalenu gatunku I w postaci łusek:

DWUNITRONAFTALEN I Ł BN-67/6026-35

1.6. Normy związane

PN-56/C-04501 Analiza sitowa

PN/C-04506 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów sypkich

PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne

PN-55/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN-60/N-79002 Znaki i znakowanie opakowań transportowych

Materiały wybuchowe. Oznaczanie temperatury krzepnięcia BN(w opracowaniu)

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg,” dnia 21 stycznia 1967 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1967 r.
(Mon. Pol. nr 30/1967 poz. 42)

2. WYMAGANIA

2.1. Wygląd zewnętrzny. Dwunitronaftalen gatunku I powinien mieć postać łusek lub granuliek o barwie od żółtej do ciemnobrązowej bez zanieczyszczeń mechanicznych. Dwunitronaftalen gatunku II powinien mieć postać bryłek różnej wielkości o barwie od żółtej do ciemnobrązowej bez zanieczyszczeń mechanicznych.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunek		
	I		II
	Odmiana		
	Ł	G	
a) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż	153	153	152
b) Wody, %, najwyżej	0,5	0,5	10
c) Części nierozpuszczalnych w acetonie, %, najwyżej	0,2	0,2	nie normalizuje się
d) Popiołu, %, najwyżej	0,1	0,1	0,3
e) Krzemionki w popiele, %, najwyżej	0,05	0,05	nie normalizuje się
f) Kwasowość w przeliczeniu na kwas siarkowy, %, najwyżej	0,08	0,08	0,1
g) Pozostałość po przesiewie na sicie o wymiarze boku oczka kwadratowego: 6 mm, %, najwyżej	nie normalizuje się	0	nie normalizuje się
4 mm, %, najwyżej	5	nie normalizuje się	nie normalizuje się
0,5 mm, %, najwyżej	nie normalizuje się	85	nie normalizuje się

3. PAKOWANIE, PRZECZOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie. Dwunitronaftalen gatunku I pakuje się do worków papierowych cztero- lub pięciowarstwowych z wkładkami impregnowanymi, w ilości 40 kg, a następnie do worków tkaninowych.

Dwunitronaftalen gatunku II pakuje się do szczelnych beczek drewnianych wyłożonych papierem, w ilości do 100 kg. Na każdym opakowaniu jednostkowym należy umieścić trwały napis zawierający:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 1.5,
- c) numer partii,
- d) wagę brutto i netto,
- e) datę produkcji,
- f) znak ostrzegawczy dla materiałów wybuchowych wg PN-60/N-79002.

3.2. Przechowywanie i transport. Dwunitronaftalen należy przechowywać w specjalnych magazynach odpowiadających wymaganiom składowania materiałów wybuchowych. Należy przewozić dowolnymi krytymi środkami transportu.

4. BADANIA

4.1. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady wg PN/C-04506 i PN/C-04507. Z każdej partii wielkości do 5000 kg, podlegającej odbiorowi należy wybrać w sposób losowy w zależności od liczności partii niżej podaną liczbę opakowań jednostkowych.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wziąć do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6÷ 15	6
16÷ 25	9
26÷ 63	12
64÷160	14

Próbki należy pobierać za pomocą zgłębnika określonego w PN/C-60010. Średnią próbkę laboratoryjną przygotować w ilości około 500 g. Próbkę rozjemczą należy przechowywać w ciągu trzech miesięcy od daty jej pobrania.

4.2. Opis badań

4.2.1. Oznaczanie temperatury krzepnięcia należy wykonać wg BN (w opracowaniu)¹⁾.

4.2.2. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać wg PN-55/C-04523.

4.2.3. Oznaczanie zawartości części nierozpuszczalnych w acetonie

4.2.3.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 10 g dwunitronaftalenu z dokładnością do 0,1 g, po czym rozpuścić w 300 ml acetonu cz.d.a., ogrzewając na łaźni wodnej w kolbie z chłodnicą zwrotną.

Gorący roztwór przesączyć przez sącze ilościowy, przemyty uprzednio 50 ml acetonu cz.d.a., suszony przez 1 godz w temperaturze około 100°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Osad z kolby przenieść ilościowo na sącze i przemyć niewielką ilością acetonu cz.d.a. ogrzewanego do temperatury 50°C, po czym sącze z osadem suszyć przez 1 godz w temperaturze 100°C i po ostudzeniu nad chlorkiem wapniowym zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Sącze z osadem pozostawić do oznaczania wg 4.2.4.

Zawartość części nierozpuszczalnych w acetonie (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m_1 - masa sączka z osadem, g,

m_2 - masa sączka, g,

m - odważka dwunitronaftalenu, g.

4.2.3.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń, przy czym różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,03%.

4.2.4. Oznaczanie zawartości popiołu. Sącze z nierozpuszczalnym osadem otrzymanym przy oznaczaniu wg 4.2.3 umieścić w tyglu porcelanowym uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g, ostrożnie spalić i wyprażyć do stałej masy w płomieniu palnika lub w piecu mufowym w temperaturze nie przekraczającej 850°C, ostudzić w eksykatorze nad chlorkiem wapniowym i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

¹⁾ Patrz Postanowienia przejściowe.

Tygiel z popiołem postawić do oznaczania wg 4.2.5.

Zawartość popiołu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

w którym:

m_1 - masa tygla z pozostałością po wyprażeniu, g,

m_2 - masa tygla, g,

m - odważka dwunitronaftalenu użyta do oznaczania wg 4.2.3.1.

4.2.4.1. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń, przy czym różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,02%.

4.2.5. Oznaczanie zawartości krzemionki

4.2.5.1. Postanowienia wstępne. Oznaczanie należy wykonywać w przypadku, gdy zawartość popiołu oznaczona wg 4.2.4 przekracza 0,05%.

4.2.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Węglan potasowy bezwodny cz.d.a., węglan sodowy bezwodny cz.d.a., mieszanina 1:1.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

4.2.5.3. Wykonanie oznaczania. Popiół otrzymany wg 4.2.4 stopić w tym samym tyglu z 6 ÷ 10-ciokrotną ilością mieszaniny węglanu potasowego i sodowego.

Stop wylugować wodą do parownicy porcelanowej, ostrożnie zakwaszyć kwasem solnym i odparować. Pozostałość suszyć w temperaturze 120 ÷ 130°C, zwilżyć kwasem solnym i pozostawić w ciepłym miejscu na 20 ÷ 30 min, po czym rozcieńczyć gorącą wodą i przesączyć przez sączek ilościowy.

Osad na sączku przemyć wodą zakwaszoną kwasem solnym, następnie gorącą wodą do całkowitego usunięcia jonu chlorowego (próba z azotanem srebra).

Przemyty sączek z krzemionką umieścić w tyglu porcelanowym uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g, spalić i wyprażyć do stałej masy w płomieniu palnika lub w piecu mufowym, ostudzić w eksykatorze nad chlorkiem wapniowym i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość krzemionki (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

w którym:

m_1 - masa tygla z krzemionką, g,

m_2 - masa tygla, g,

m - odważka dwunitronaftalenu użyta do oznaczania wg 4.2.3.

4.2.5.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, przy czym różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,01%.

4.2.6. Oznaczanie kwasowości

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

b) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 10 g drobno zmielonego dwunitronaftalenu, odważonego z dokładnością do 0,01 g, gotować przez 15 min w kolbie stożkowej ze 100 ml wody. Roztwór ostudzić do temperatury pokojowej i przesączyć. Sączek z osadem przemyć 50 ml wody, po czym przesączyć i wodę z przemycia miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.

Kwasowość w przeliczeniu na kwas siarkowy (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,0049 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,49}{m}$$

w którym:

V - objętość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, ml,

m - odważka dwunitronaftalenu, g,

0,0049 - ilość kwasu siarkowego odpowiadająca 1 ml 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

4.2.6.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, przy czym różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,02%.

4.2.7. Oznaczanie pozostałości na przesiewie należy wykonać metodą suchą wg PN/C-04501.

5. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Do czasu ustanowienia normy branżowej na oznaczanie temperatury krzepnięcia dopuszcza się stosowanie RN-60/MPCh-1578 Materiały wybuchowe. Oznaczanie temperatury krzepnięcia.

K O N I E C