

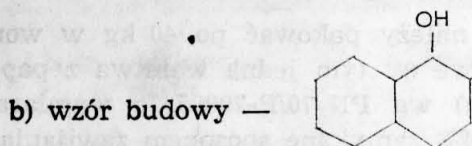
|                        |                  |                          |
|------------------------|------------------|--------------------------|
| PRODUKTY<br>ORGANICZNE | NORMA BRANŻOWA   | BN-75                    |
|                        | $\alpha$ -Naftol | 6021-01                  |
|                        |                  | Zamiast<br>BN-63/6021-01 |
|                        |                  | Grupa katalogowa X 22    |

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest  $\alpha$ -naftol destylowany otrzymywany przez zmydlanie  $\alpha$ -naftyloaminy kwasem siarkowym.

$\alpha$ -Naftol ma:

a) wzór sumaryczny —  $C_{10}H_8O$



c) masę cząsteczkową — 144, 174 (1961 r.)

d) nazwę systematyczną — 1-hydroksynaftalen.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.**  $\alpha$ -Naftol destylowany ma zastosowanie w przemyśle barwnikarskim i farmaceutycznym.

## 2. OZNACZENIE

$\alpha$ -NAFTOL DESTYLOWANY BN-75/6021-01

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wygląd zewnętrzny.**  $\alpha$ -Naftol destylowany powinien mieć postać łusek barwy jasnoszarej z dopuszczalnym lekko żółtym odcieniem.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego  
ORGANIKA dnia 29 listopada 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie  
produkcji i obrotu od dnia 1 października 1976.

(Dz. Norm. i Miar nr 5/1976 poz. 14)

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

Tablica 1

| Wymagania                                                             |           |
|-----------------------------------------------------------------------|-----------|
| a) Temperatura krzepnięcia wysuszonego produktu, °C<br>nie niższa niż | 93,5      |
| b) Zawartość $\alpha$ -naftolu, %, nie mniej niż                      | 98,5      |
| c) Zawartość $\alpha$ -naftyloaminy, %, nie więcej niż                | 0,3       |
| d) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym                                | całkowita |

### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.**  $\alpha$ -Naftol destylowany należy pakować po 40 kg w worki papierowe otwarte klejone czterowarstwowe (w tym jedna warstwa z papieru dwuwarstwowego sklejonego asfaltem) wg PN-70/P-79005, o wymiarach 600×1100 mm — zgodnych z PN-68/O-79027, zamykane sposobem zawijania.

Na życzenie odbiorcy należy stosować, jako wkładki do worków papierowych, worki polietylenowe wg BN-70/6414-06.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-67/O-79252. Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

a) nazwę lub znak wytwórni,

b) oznaczenie wg rozdz. 2,

c) numer partii,

d) masę brutto i netto,

e) znak manipulacyjny CHRONIĆ PRZED WILGOCIĄ wg PN-67/O-79252 p. 2.4.6.

**4.2. Formowanie jednostek ładunkowych.** W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach wg PN-68/M-78218.

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przemieszczaniem się.

**4.3. Przechowywanie.**  $\alpha$ -Naftol opakowany wg 4.1 należy przechowywać w suchych pomieszczeniach magazynowych.

**4.4. Transport.**  $\alpha$ -Naftol opakowany wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu zabezpieczającymi produkt przed zamoczeniem. Środek przewozowy przed załadowaniem należy przygotować przez usunięcie gwoździ, zabezpieczenie śrub, haków itp. wystających części, które mogą spowodować uszkodzenie opakowań.

Opakowania z  $\alpha$ -naftolem należy ustawiać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka przewozowego (wagonu, samochodu).

W transporcie kolejowym opakowania z  $\alpha$ -naftolem należy ładować do granic wykorzystania wagonu wg Przepisów o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

W transporcie samochodowym opakowania z  $\alpha$ -naftolem należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie temperatury krzepnięcia wysuszonego produktu (3.2a),
- oznaczanie zawartości  $\alpha$ -naftolu (3.2b),
- oznaczanie zawartości  $\alpha$ -naftyloaminy (3.2c),
- oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym (3.2d).

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi około 4000 kg produktu.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500. Z każdej partii, w zależności od liczności opakowań, należy wybrać w sposób losowy do pobrania próbek liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

| Liczba opakowań w partii | Liczba opakowań, które należy wylosować do pobrania próbek |
|--------------------------|------------------------------------------------------------|
| do 6                     | wszystkie                                                  |
| 7 ÷ 15                   | 6                                                          |
| 16 ÷ 25                  | 9                                                          |
| 26 ÷ 63                  | 12                                                         |
| powyżej 63               | 14                                                         |

Próbki pierwotne należy pobierać próbnikiem nr 16 wg PN-74/C-60008, z całej warstwy produktu. Liczba pobieranych próbek pierwotnych z jednego opakowania powinna być taka, żeby masa próbki ogólnej była nie mniejsza niż 1000 g. Próbkę ogólną umieścić w czystym, suchym naczyniu, dokładnie wymieszać, po czym wydzielić z niej średnią próbkę laboratoryjną o masie nie mniejszej niż 500 g. Średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie części: jedną przeznaczyć do badania, a drugą należy przechowywać do analizy kontrolnej przez 6 miesięcy od daty wysłania produktu.

### 5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego, wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie temperatury krzepnięcia wysuszonego produktu — wg PN-75/C-04514.

5.4.3. Oznaczanie zawartości  $\alpha$ -naftolu

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas H techniczny, roztwór 10-procentowy w 5-procentowym węglanie sodowym.
- Kwas octowy cz., roztwór 10-procentowy.
- p-Nitroanilina zdwuazowana cz., roztwór 0,1 N.

- d) Octan sodowy cz., roztwór 40-procentowy.
- e) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 2 N.
- f) Wskaźnik — papierki fenoloftaleinowe.

**5.4.3.2. Wykonanie oznaczania.** 10 g badanego  $\alpha$ -naftolu odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 400 cm<sup>3</sup>, dodać 200 cm<sup>3</sup> wody, ogrzać do stopienia się  $\alpha$ -naftolu, po czym dodać 35 cm<sup>3</sup> wodorotlenku sodowego. Następnie roztwór przelać do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup> i uzupełnić wodą do kreski. Z przygotowanego roztworu pobrać pipetą 50 cm<sup>3</sup>, przenieść do zlewki pojemności 600 cm<sup>3</sup>, dodać kwasu octowego do lekkiej opalescencji i 40 cm<sup>3</sup> roztworu octanu sodowego, schłodzić lodem, a następnie rozcieńczyć wodą do objętości około 200 cm<sup>3</sup> i miareczkować zdwuazowaną *p*-nitroaniliną, kontrolując przebieg reakcji roztworem kwasu H.

W momencie kiedy kropla badanego roztworu naniesiona na bibułę daje na wycieku z kroplą roztworu kwasu H trwałą czerwoną obwódkę, należy roztwór zalkalizować roztworem wodorotlenku sodowego wobec papierka fenoloftaleinowego i ogrzać do wrzenia. Po ostudzeniu zubożyć nadmiar wodorotlenku sodowego kwasem octowym i miareczkować dalej roztworem zdwuazowanej *p*-nitroaniliny w temperaturze nie wyższej niż 10°C, do wystąpienia na bibule trwałej, nie znikającej w ciągu 5 min czerwonej obwódki z roztworem kwasu H.

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

$$X = \frac{V \cdot 0,0144 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1 N roztworu zdwuazowanej *p*-nitroaniliny, zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

0,0144 — ilość  $\alpha$ -naftolu odpowiadającego 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1 N  $\alpha$ -roztworu zdwuazowanej *p*-nitroaniliny, g,

m — odważka badanej próbki, g.

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

#### 5.4.4. Oznaczanie zawartości $\alpha$ -naftyloaminy

**5.4.4.1. Zasada metody.** Metoda oznaczania zawartości  $\alpha$ -naftyloaminy polega na sporządzeniu wykresu zależności ekstynkcji roztworu od zawartości  $\alpha$ -naftyloaminy w  $\alpha$ -naftolu.

**5.4.4.2. Przyrządy.** Kolorymetr Pulfricha lub spektrofotometr.

#### 5.4.4.3. Odczynniki i roztwory

- a) Azotyn sodowy cz., roztwór 1 N.
- b) Kwas H, roztwór 1 N.
- c) Kwas solny cz. (1,19).
- d)  $\alpha$ -Naftol cz.
- e)  $\alpha$ -Naftyloamina cz., roztwór 0,5-procentowy przygotowany w następu-

jący sposób: 0,5-g  $\alpha$ -naftyloaminy rozpuścić w 60 cm<sup>3</sup> 0,5-procentowego kwasu solnego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i uzupełnić wodą do kreski.

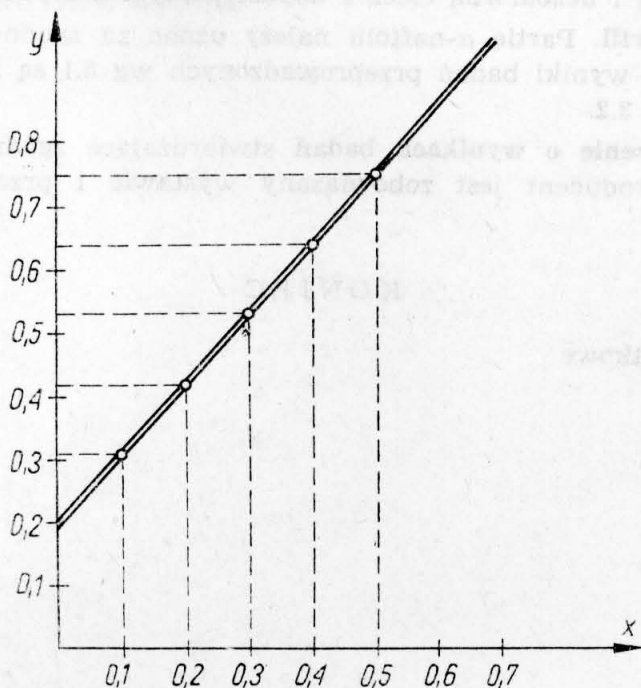
f) Woda amoniakalna cz., roztwór 25-procentowy.

**5.4.4.4. Oznaczanie ekstynkcji roztworów  $\alpha$ -naftolu o znanej procentowej zawartości  $\alpha$ -naftyloaminy i sporządzenie wykresu.** Pięć próbek po 2,5 g  $\alpha$ -naftolu cz. odważyć z dokładnością do 0,01 g, każdą z nich przenieść do zlewki pojemności 400 cm<sup>3</sup>, dodać 150 cm<sup>3</sup> wody oraz następujące ilości roztworu  $\alpha$ -naftyloaminy: 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 2,5 cm<sup>3</sup> odpowiadające stężeniu 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5%  $\alpha$ -naftyloaminy w  $\alpha$ -naftolu. Probki zagotować, mieszając dodać po 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i gotować 2 min.

Po oziębieniu do temperatury 30°C osady odsączyć na lejku analitycznym przez miękkie sączi ilościowe, przesącze oziębć z zewnątrz do temperatury 15°C i mieszając dodać do każdej próbki po 2 cm<sup>3</sup> roztworu azotynu sodowego. Po 10 min roztwory przesączyć, przesącze przelać do kolby pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup> i uzupełnić wodą do kreski (roztwory A).

Do 5 zlewek pojemności 100 cm<sup>3</sup> przenieść kolejno po: 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu H, 5 cm<sup>3</sup> wody amoniakalnej, 25 cm<sup>3</sup> wody i 20 cm<sup>3</sup> kolejnych roztworów A, wymieszać, przenieść do kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Ekstynkcję oznaczyć na kolorymetrze Pulfricha (roztworem odniesienia jest woda), używając filtr S<sub>53</sub> i kuwetę 0,5 cm<sup>3</sup> (0,449), lub na spektrofotometrze przy długości fali 530 nm i wykreślić zależność ekstynkcji od procentowej zawartości  $\alpha$ -naftyloaminy wg przykładu na rysunku.



x - zawartość  $\alpha$ -naftyloaminy, %

y - ekstynkcja

Do każdego kolorymetru należy zrobić oddzielny wykres. Otrzymany wykres przy posługiwaniu się tym samym aparatem trzeba sprawdzić co najmniej raz na trzy miesiące oraz po regulacji kolorymetru.

**5.4.4.5. Wykonanie oznaczania.** Około 5 g badanego  $\alpha$ -naftolu odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 400 cm<sup>3</sup>, dodać 150 cm<sup>3</sup> wody, zagotować, mieszając dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i gotować przez 2 min. Po oziębieniu do temperatury 30°C, osad odsączyć na lejku analitycznym przez miękki sączonek ilościowy, przesącz oziębic do temperatury 15°C i mieszając dodać 2 cm<sup>3</sup> azotynu sodowego. Po 10 min roztwór przesączyć, przesącz przelać do kolby pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup> i uzupełnić wodą do kreski (roztwór A).

Do zlewki pojemności 100 cm<sup>3</sup> przenieść 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu H, 5 cm<sup>3</sup> wody amoniakalnej, 25 cm<sup>3</sup> wody i 10 cm<sup>3</sup> roztworu A, wymieszać, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i uzupełnić wodą do kreski.

Ekstynkcję otrzymanego roztworu oznaczyć na kolorymetrze Pulfricha (roztworem odniesienia jest woda) lub na spektrofotometrze, przy długości fali 530 nm.

Zawartość  $\alpha$ -naftyloaminy odczytać z wykresu.

**5.4.5. Oznaczanie rozpuszczalności  $\alpha$ -naftolu w alkoholu etylowym.** 2 g  $\alpha$ -naftolu odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do probówki, dodać 20 cm<sup>3</sup> 96-procentowego alkoholu etylowego i wytrząsać do rozpuszczenia.

$\alpha$ -naftol należy uznać za całkowicie rozpuszczalny w alkoholu etylowym, jeżeli otrzymany roztwór oglądany w świetle przechodzącym będzie stanowił przezroczystą i bezbarwną ciecz z dopuszczalnym słabym zabarwieniem.

**5.5. Ocena partii.** Partię  $\alpha$ -naftolu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań przeprowadzonych wg 5.1 są zgodne z wymaganiami wg 3.1 i 3.2.

**5.6. Zaświadczenie o wynikach badań** stwierdzające zgodność z wymaganiami normy producent jest zobowiązany wystawić i przesłać odbiorcy.

KONIEC

Informacje dodatkowe

## INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Zakłady Przemysłu Barwników BORUTA w Zgierzu.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6021-01**

- a) podano aktualnie stosowany rodzaj opakowania,
- b) powołano obowiązujące zarządzenia w zakresie transportu,
- c) dopuszczono stosowanie spektrofotometru przy określaniu ekstynkcji barwnych roztworów.

**3. Normy i dokumenty związane**

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

PN-75/C-04514 Oznaczanie temperatury krzepnięcia substancji organicznych

PN-74/C-60008 Próbkki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-68/M-78218 Palety ładunkowe płaskie dwupłytowe drewniane nieodwracalne dwuwieżściowe bez skrzydeł

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

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. 4 DKP)

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. Autor projektu normy** — Kazimiera Cinkusz — Zakłady Przemysłu Barwników BORUTA w Zgierzu.