

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-63
	Środki pomocnicze do tworzyw sztucznych Pianofor AN surowy	6065-01
		Zamiast ZN-62/MPCh/OE-1818
		Grupa katalogowa X 95

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest pianofor AN surowy stosowany jako substancja porotwórcza przy wyrobie piankowych tworzyw sztucznych.

1.2. Określenia. Pianofor AN jest to 2,2'-dwunitryl kwasu dwuazoizomasłowego, otrzymywany przez reakcję siarczanu hydrazyny, acetonu i cyjanku sodowego. Pianofor AN ma:

a/ wzór sumaryczny $C_8H_{12}N_4$

b/ wzór budowy $NC - \begin{array}{c} CH_3 \\ | \\ C \\ | \\ CH_3 \end{array} - N = N - \begin{array}{c} CH_3 \\ | \\ C \\ | \\ CH_3 \end{array} - CN$

c/ ciężar cząsteczkowy - 164, 216 (1965 r.),

d/ inne nazwy - Genitron AZDN (W.Brytania), Porofor N (Firma Bayer w NRF), Porofor 4 × 3 (ZSRR).

1.3. Oznaczenie

PIANOFOR AN BN-63/6065-01

1.4. Normy związane

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/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych

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

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Pianofor AN powinien mieć postać proszku o barwie białej do zielonkawoniebieskiej. Dopuszcza się odosobnione zlepy, łatwo rozkruszające się w palcach.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	
a/ Azotu, N_{cm}^3/g , nie mniej niż	127
b/ Temperatura rozkładu, $^{\circ}C$, nie mniej niż:	
początek	98
koniec	100

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg” dnia 10 lutego 1963 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 29 kwietnia 1963 r.
(Mon. Pol. nr 35/1963 poz. 176)

cd. tablicy

Wymagania	
c/ Wody	1,5÷3,5 ^{1/}
d/ Kwasowość w przeliczeniu na kwas solny, %, nie więcej niż	0,4
e/ Hydrozwiązku	nieobecny wg 4.3.5
1/ Do wewnętrznego zużycia dopuszcza się mniej niż 1,5%.	

3. OPAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie. Pianofor AN należy pakować po 40 kg do worków z folii polichlorowinyłowej, umieszczonych w drewnianych beczkach. Do zużycia wewnętrznego można pakować bezpośrednio do beczek lub skrzyń drewnianych. Na życzenie odbiorcy, dopuszcza się pakowanie pianoforu AN do mniejszych opakowań.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-60/N-79002, umieszczając na każdym opakowaniu trwały napis zawierający co najmniej:

- a/ nazwę lub znak wytwórni,
- b/ oznaczenie wg 1.3,
- c/ datę produkcji,
- d/ numer partii,
- e/ numer opakowania,
- f/ wagę brutto i netto,
- g/ znak ostrzegawczy materiałów samozapalnych wg PN-60/N-79002 p. 2.3.6.

3.2. Przechowywanie. Pianofor AN należy przechowywać w magazynach nieogrzewanych, dobrze wentylowanych, w temperaturze nie przekraczającej 20°C. Pianofor należy chronić przed bezpośrednim działaniem promieni słonecznych.

3.3. Transport. Pianofor AN należy transportować wyłącznie krytymi środkami transportu.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Wielkość partii. Partię stanowi najwyżej 2 t wymieszanego jednorodnego produktu.

4.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek stosować zasady PN/C-04506 i PN/C-04507. Próbkę pobierać zgłębnikiem 5 wg PN/C-60010.

Z partii produktu podlegającego sprawdzeniu wybrać w sposób losowy następującą liczbę opakowań do pobierania próbek.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, jaką należy wziąć do pobierania próbek
do 5	wszystkie
6÷15	5
16÷25	7
26÷50	8

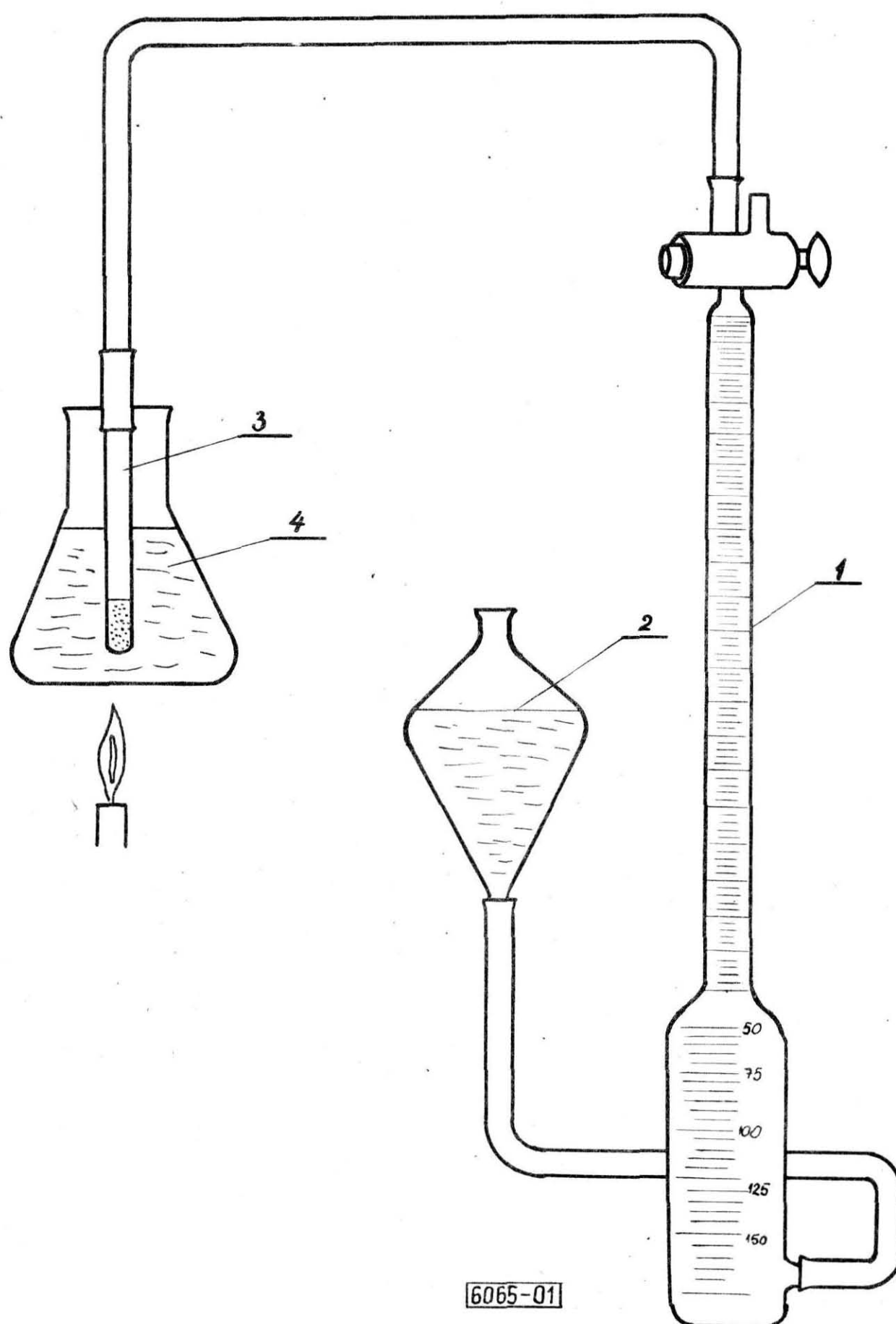
4.3. Opis badań

4.3.1. Oznaczanie zawartości azotu

4.3.1.1. Aparatura - jak podano na rysunku - składająca się z:

- a/ kalibrowanej biurety Buntego 1 z kranem trójdrożnym, pojemności 150 ml,
- b/ naczynia wyrównawczego 2,

- c/ probówki grubościennej 3 długości 13 mm i średnicy 12 mm, połączonej z biure-
tą 1 za pomocą rurki szklanej oraz węża gumowego,
d/ kolby stożkowej 4 pojemności około 250 ml.



4.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć w probówce z dokładnością do 0,0002 g około 0,2 g badanego pianoforu AN (przed ważeniem usunąć cząsteczki pianoforu AN przylegające do ścianek probówki). Biuretę Buntego, naczynie wyrównawcze oraz kolbę stożkową napełnić nasyconym roztworem chlorku sodowego, zabarwionym czerwienią mety-
lową. Probówkę z odważonym pianoforem AN połączyć węzem gumowym z aparatem.

Za pomocą naczynia wyrównawczego doprowadzić poziom cieczy w biurecie do poło-
żenia 0. Następnie probówkę wstawić do kolby stożkowej napełnionej roztworem chlor-
ku sodowego, który stanowi łaźnię, i podgrzewać palnikiem gazowym aż do wyfuknięcia
substancji w probówce. Usunąć łaźnię i czekać na wyrównanie się temperatury gazu z
temperaturą otoczenia, co trwa około 30 min. Za wyrównanie się temperatur uważać mo-
ment, od którego w ciągu 5 min nie zmniejsza się objętość gazu. Następnie wyrównać
poziom roztworu chlorku sodowego w naczyniu wyrównawczym z meniskiem cieczy w biure-

cie i odczytać objętość gazu i temperaturę na umieszczonym obok termometrze - oraz ciśnienie barometryczne i temperaturę na termometrze znajdującym się obok barometru.

Zawartość azotu (X_1) obliczyć w Ncm^3/g wg wzoru

$$X_1 = \frac{V}{S} \cdot \frac{273 (B - f)}{(273 + t) \cdot 760} \quad (1)$$

w którym:

V - objętość gazu, ml,

S - odważka badanego pianoforu AN, g,

B - ciśnienie barometryczne, mmHg,

t - temperatura barometru, $^{\circ}\text{C}$,

f - prężność pary wodnej nad nasyconym roztworem chlorku sodowego, której wartość zależną od temperatury należy odczytać z tablicy.

Temperatura, $^{\circ}\text{C}$	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Prężność, t	7,9	8,5	9,1	9,7	10,3	11	11,7	12,4	13,2	14,1	15	15,9	16,9	17,9

4.3.1.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać $3 \text{ Ncm}^3/\text{g}$.

4.3.2. Oznaczanie temperatury rozkładu wykonać wg PN/C-04513 z tym, że za temperaturę początku rozkładu należy przyjąć temperaturę określoną dla początku topnienia, a za temperaturę końcową rozkładu - temperaturę, w której przestaną się wydzielać pęcherzyki gazu.

4.3.3. Oznaczanie zawartości wody wykonać wg PN-55/C-04523 stosując benzen zamiast ksylenu. Wielkość próbki do oznaczania powinna wynosić 20 g.

4.3.4. Oznaczanie kwasowości. Odważyć na szkiełku zegarkowym z dokładnością do 0,1 g około 5 g pianoforu AN. Próbkę przenieść do kolby stożkowej pojemności około 300 ml i dodać 100 ml wody destylowanej. Kolbę zamknąć korkiem i energicznie wstrząsać w ciągu 5 min, po czym roztwór przesączyć przez sączek i osad przemyć niewielką ilością wody destylowanej, którą dodać do przesączu. Przesącz miareczkować 0,05n roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.

Kwasowość (X_2) w przeliczeniu na kwas solny obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{0,0018230 \cdot V \cdot 100}{C} \quad (2)$$

w którym:

0,0018230 - ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,05n roztworu wodorotlenku sodowego, g,

V - objętość ściśle 0,05n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, ml,

C - odważka pianoforu AN, g,

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać 0,05%.

4.3.5. Próba na obecność hydrozwiązku. Odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 0,2 g pianoforu AN i wsypać do kolby stożkowej pojemności 300 ml. Do kolby uprzednio wlać 50 ml 1-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego.

Pozostałe na ściankach kryształki pianoforu AN spłukać 50 ml 1-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego. Kolbę z roztworem wstawić na około 19 min do łaźni wodnej ogrzanej do temperatury $65 \div 70^{\circ}\text{C}$. Następnie wyjąć i po 10 min roztwór szybko ochłodzić strumieniem zimnej wody, wsypać 0,5 g jodku potasowego i dodać 3 krople 0,1n roztworu azotanu srebra. Słabe zmętnienie świadczy o nieobecności hydrozwiązku.

K O N I E C