

ŚRODKI POMOCNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-90
	Środki pomocnicze dla przemysłu gumowego	6064-17
	Dinitrozopentametylenotetramina	Zamiast BN-70/6064-05 ¹⁾
	Metody badań, pakowanie, przechowywanie i transport	Grupa katalogowa 1099

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań, sposoby pakowania, przechowywania i transportu technicznej dinitrozopentametylenotetraminy (DNPT) produkowanej w postaci proszku lub pasty i stosowanej jako porofor przy produkcji gumy mikroporowatej i niektórych pianoplastów.

1.2. Zakres normy. Norma obejmuje DNPT stosowany w przemyśle gumowym i przemyśle tworzyw sztucznych.

2. BADANIA

2.1. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady wg PN-67/C-04500, zgłębniki wg PN-74/C-60008. Z opakowań wybranych losowo pobierać próbki w liczbie zależnej od liczebności opakowań w partii wg tablicy.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
251 ÷ 400	15

Masa próbki ogólnej powinna wynosić co najmniej 1 kg. Jeżeli ogólna masa próbek jednostkowych jest mniejsza niż 1 kg, należy odpowiednio zwiększyć liczbę próbek pierwotnych.

Próbkę ogólną należy podzielić na 2 części, z których jedną przeznaczają się do wykonania badań, a drugą — do analizy rozjemczej, przechowywaną w ciągu 1 miesiąca.

2.2. Wielkość partii. Partię stanowi najwyżej 400 bębnow, zawierających po 50 kg produktu.

¹⁾ W zakresie rozdz. 4 i 5.

2.3. Rodzaje badań

- ocena wyglądu zewnętrznego,
- oznaczanie zawartości DNPT w proszkowanym produkcie,
- oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną,
- oznaczanie pH zawiesiny wodnej,
- oznaczanie zawartości czynnika impregnującego w paście,
- oznaczanie ilości gazów wydzielających się przy ogrzewaniu do temperatury 220°C w proszkowanym produkcie,
- oznaczanie suchej pozostałości w paście,
- oznaczanie pozostałości na sicie w proszkowanym produkcie.

2.4. Opis badań

2.4.1. Ocena wyglądu zewnętrznego. Około 10 g próbki umieścić na białym papierze w warstwie o grubości 1–2 mm, rozetrzeć pręcikiem szklanym i ocenić wizualnie jej kolor oraz obecność zanieczyszczeń mechanicznych i składników nie ulegających łatwemu roztarciu. Porównać z wymaganiami wg normy przedmiotowej.

2.4.2. Oznaczanie zawartości DNPT w proszkowanym produkcie

2.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy, cz.d.a., roztwór o $c\left(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0,2 \text{ mol/l}$.
- Wodorotlenek sodowy, cz.d.a., roztwór o $c(\text{NaOH}) = 0,2 \text{ mol/l}$.
- Oranż metylowy, wskaźnik, roztwór przygotowany wg PN-84/C-06501 p. 2.2.

2.4.2.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 500 ml umieścić 0,5 g próbki odważonej z dokładnością do 0,0002 g, dodać 50 ml kwasu siarkowego, ogrzewać w ciągu 15 min w temperaturze wrzenia. Po ochłodzeniu odmiareczkować nadmiar kwasu siarkowego roztworem wodorotlenku sodowego w obecności oranżu metylowego. Wykonać ślepą próbę. Zawartość DNPT (X_1) w procentach obliczyć wg wzoru

Zgłoszona przez Instytut Przemysłu Organicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 27 kwietnia 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1990, poz. 21)

$$X_1 = \frac{V_1 - V_2}{m_1} \cdot 0,0186 \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

- V_1 — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o c ściśle 0,2 mol/l, zużyta do miareczkowania ślepej próby, ml,
- V_2 — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o c ściśle 0,2 mol/l, zużyta do miareczkowania badanej próbki, ml,
- m_1 — odważka próbki, g,
- 0,0186 — ilość DNPT odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o c ściśle 0,2 mol/l.

2.4.2.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,4%.

2.4.3. Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną. Oznaczanie przeprowadzić wg **PN-83/C-04523** z następującymi uzupełnieniami i zmianami:

- a) odważka próbki badanej — około 20 g,
- b) stosować ciecz azeotropującą o temperaturze wrzenia $60 \div 120^\circ\text{C}$, np. benzynę do ekstrakcji IV wg **PN-56/C-96022**,
- c) różnica między dwoma równoległymi wynikami nie powinna przekraczać 0,6%.

2.4.4. Oznaczanie pH zawiesiny wodnej. Oznaczanie wykonać wg **PN-89/C-04963** ze zmianami i uzupełnieniami wg a) \div c).

a) Próbkę do analizy przygotować w sposób następujący: odważyć około 10 g próbki badanej z dokładnością do 0,01 g i mieszać ją ze 100 ml wody destylowanej w ciągu 15 min.

b) Oznaczanie pH wykonać metodą potencjometryczną.

c) Różnica między dwoma równoległymi wynikami nie powinna przekraczać 0,1 jednostki pH.

2.4.5. Oznaczanie zawartości czynnika impregnującego w paście

2.4.5.1. Zasada metody. Metoda polega na przemywaniu badanej próbki czterochlorkiem węgla, sączeniu i suszeniu pozostałości po sączeniu. Z różnicy masy próbki przed i po przemywaniu oblicza się zawartość czynnika impregnującego.

2.4.5.2. Odczynniki. Czterochlorek węgla, cz.

2.4.5.3. Aparatura

- a) Tygiel z filtrem ze spiekanego szkła, G_3 .
- b) Zlewka pojemności 250 ml.
- c) Urządzenie do sączenia pod próżnią.

2.4.5.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 3 g próbki z dokładnością do 0,0002 g wysuszonej w temperaturze $90 \div 100^\circ\text{C}$ w ciągu 2 h i przy stałym mieszaniu za pomocą pręcika szklanego wymieszać ją z 75 ml czterochlorku węgla w ciągu 20 ± 1 min. Dopuszcza się stosowanie wytrząsarki mechanicznej.

Zawartość zlewki przesączyć pod próżnią przez tygiel z dnem porowatym, przemyć 25 ml czterochlorku węgla i wysuszyć w temperaturze $90 \div 100^\circ\text{C}$ w ciągu 1 h.

Zawartość czynnika impregnującego (X_2) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_3)}{m_2} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- m_2 — masa próbki pobranej do analizy, g,
- m_3 — masa pozostałości po wysuszeniu, g.

2.4.5.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, różnica między którymi nie przekracza 0,3% przy zawartości czynnika impregnującego do 6% oraz 0,5% przy zawartości od 6% do 20%.

2.4.6. Oznaczanie ilości gazów wydzielających się przy ogrzewaniu do temperatury 220°C w proszkowanym produkcie

2.4.6.1. Zasada metody. Metoda polega na oznaczeniu ilości gazów wydzielających się przy ogrzewaniu próbki badanej do temperatury 220°C .

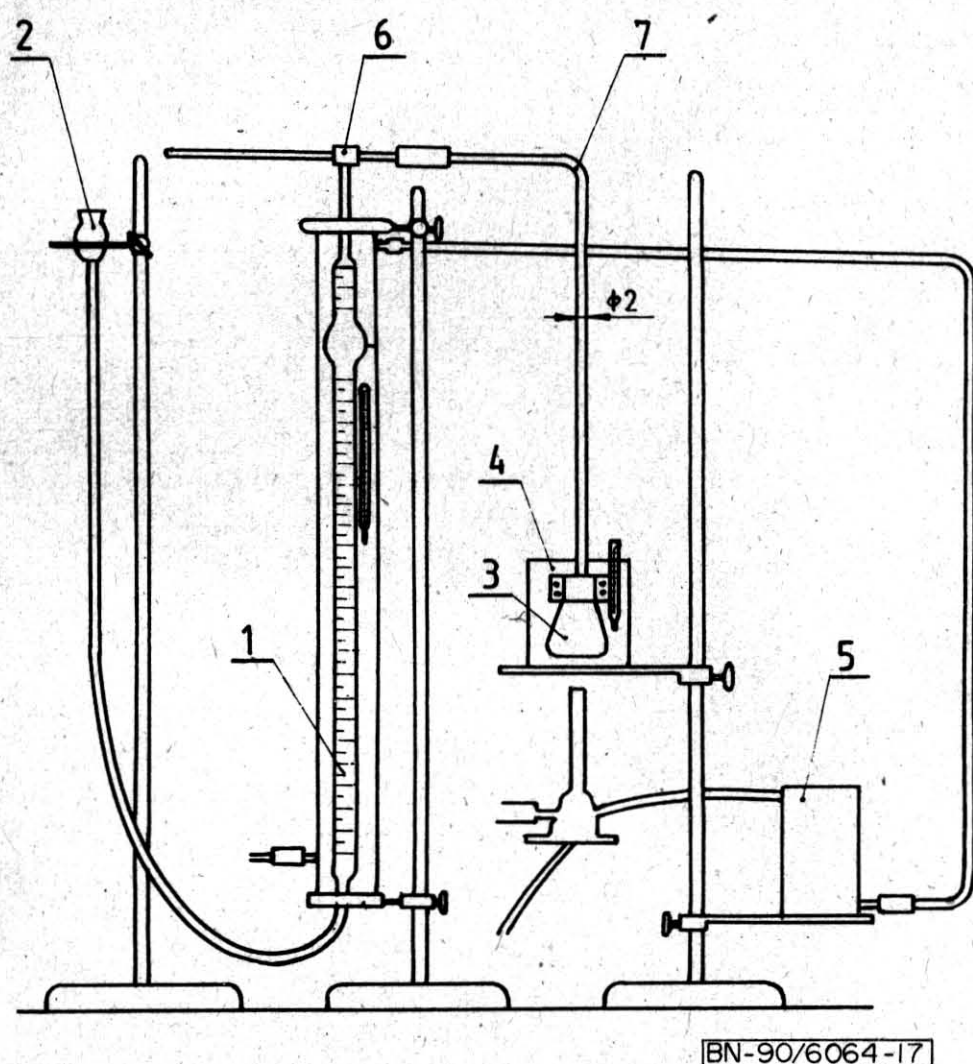
2.4.6.2. Odczynniki. Ftalan dwuoktylowy, cz.

2.4.6.3. Aparatura — wg rysunku 1, w której skład wchodzi:

- a) biureta gazowa z płaszczem wodnym 1 pojemności 100 ml, z działką elementarną 0,1 ml, ze zbiornikiem pojemności 50 ml i z termometrem o zakresie temperatur $0 \div 100^\circ\text{C}$,
- b) naczynie wyrównawcze 2 pojemności około 250 ml,
- c) kolba stożkowa z krótką szyjką 3 pojemności 50 ml,
- d) łaźnia parafinowa 4 pojemności 500 ml z termometrem o zakresie temperatury $20 \div 250^\circ\text{C}$,
- e) łaźnia wodna 5,
- f) kurek zamykający trójdrożny 6,
- g) kapilara 7 długości 500 mm z ramieniem długości 75 mm.

2.4.6.4. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej 3 odważyć 0,20 g proszkowanego produktu z dokładnością do 0,0002 g, dodać 10 ml ftalanu dwuoktylowego i wymieszać. Kolbę umieścić na łaźni wodnej, połączyć z kapilarą, a przez przekręcenie kurka 6 połączyć układ z atmosferą. Włączyć dopływ wody do łaźni wodnej i płaszcz wodnego biurety gazowej. Po 5 min zamknąć połączenie z atmosferą za pomocą kurka 6 połączyć kolbę stożkową z biuretą i odczytać objętość początkową V_p .

Kolbę stożkową wyjąć z łaźni wodnej i po wysuszeniu, umieścić na łaźni parafinowej. Ogrzewać za pomocą palnika gazowego do temperatury 220°C tak, aby spowodować powolny ale stały rozkład próbki badanej. Utrzymywać temperaturę 220°C tak długo, aż gaz przestanie się wydzielać, wówczas usunąć palnik, kolbę stożkową umieścić na łaźni wodnej i po 20 min odczytać objętość gazów V_g , temperaturę w łaźni wodnej i płaszczu wodnym biurety t z dokładnością do $0,1^\circ\text{C}$ oraz ciśnienie barometryczne.



Objętość gazów wydzielających się przy ogrzewaniu próbki do temperatury 220°C (X_3) obliczyć w ml w przeliczeniu na warunki normalne (ciśnienie: 1013,25 hPa, temperatura: 273 K) wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V_g - V_p) \cdot P \cdot 273}{m_4 \cdot 1013,25 \cdot (273 + t)} \quad (3)$$

w którym:

V_g — objętość gazów w biurecie po ogrzewaniu, ml,

V_p — objętość gazów początkowa przed ogrzewaniem, ml,

t — temperatura wody w płaszczu wodnym biurety, °C,

P — ciśnienie barometryczne z poprawką dla temperatury 0°C, hPa,

m_4 — odważka próbki badanej, g,

1013,25 — normalne ciśnienie, hPa,

273 — normalna temperatura, °K.

2.4.6.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń, różnica między którymi nie przekracza 10 ml.

2.4.7. Oznaczanie suchej pozostałości w paście

2.4.7.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć $5 \pm 0,5$ g badanej próbki z dokładnością do 0,0002 g i umieścić równomierną warstwę na dnie szklanej zlewki uprzednio wysuszonej w temperaturze $100 \pm 3^\circ\text{C}$ do stałej masy i zważonej z dokładnością do 0,0002 g. Zlewkę z próbką umieścić w termostacie i wysuszyć w temperaturze $100 \pm 3^\circ\text{C}$ w ciągu około 4 h. Po ostudzeniu, zważyć z tą samą dokładnością.

Zawartość suchej pozostałości (X_4) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_5}{m_6} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

m_5 — masa próbki po wysuszeniu, g,

m_6 — masa próbki pobrana do analizy, g.

2.4.7.2. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, różnica między którymi nie może przekraczać 1%.

2.4.8. Oznaczanie pozostałości na sicie w produkcie proszkowanym. Około 120 g próbki badanej wysuszyć w temperaturze $90 \div 100^\circ\text{C}$ w ciągu 2 h i po ostudzeniu odważyć 100 g z dokładnością do 0,01 g. Przesiać próbkę przez sito o wymiarach boku oczka kwadratowego 0,25 mm. Przesiewać na laboratoryjnej wytrząsarce mechanicznej w ciągu 20 min przy 260 wstrząsach/min. Pozostałość na sicie (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_7 \cdot 100}{m_8} \quad (5)$$

w którym:

m_7 — masa pozostałości na sicie, g,

m_8 — odważka próbki badanej, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, różnica między którymi nie może przekroczyć 0,3%.

3. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Pakowanie. DNPT należy pakować po 50 kg do worków z folii polietylenowej wg **BN-85/6365-01**, umieszczonych następnie w bębnach bez obręczy pojemności 100 l wg **BN-87/5046-02** lub w pudłach tekturowych wg **PN-73/O-79402**. Znakowanie wykonać zgodnie z **PN-85/O-79252**. Na opakowaniu należy umieścić trwałą napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- nr partii, datę,
- oznaczenie wg normy przedmiotowej,
- masę brutto i netto,
- symbol opakowania wg ADR dod. b.5,
- liczbę warstw ładowania 2,
- liczbę warstw składowania 4.

Na opakowaniu transportowym należy umieszczać nalepkę ostrzegawczą nr 4.1. „Niebezpieczeństwo ognia (materiały stałe zapalne)” wg RID i ADR lub nalepkę nr 2.2 wg SMGS.

3.2. Przechowywanie. DNPT należy przechowywać w chłodnych, krytych i przewiewnych pomieszczeniach w temperaturze nie przekraczającej 25°C rozdzielnie z materiałami palnymi. DNPT należy zabezpieczyć przed działaniem źródeł ciepła i promieni słonecznych, utrzymywać z dala od grzejników wodnych i parowych, a także chronić przed kontaktem z kwasami, alkaliarnymi i nadtlenkami. W magazynie powinny być przestrzegane przepisy bhp dotyczące prac z materiałami palnymi.

Liczba warstw składowania — 4.

3.3. Transport. DNPT jest materiałem niebezpiecznym klasy 4.1. RID i ADR oraz wg tablicy 6, grupa A, punkt 5 załącznika 4 SMGS. DNPT należy przewozić krytymi środkami transportu zgodnie z przepisami o

przewozie materiałów niebezpiecznych¹⁾ odpowiednimi dla danego rodzaju transportu.

Liczba warstw składowania — 2.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Przemysłu Organicznego — Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6064-05 w zakresie rozdz. 4 i 5

a) wprowadzono dodatkowo opakowanie transportowe — pudła,
b) wprowadzono klasyfikację produktu wg RID-ADR,
c) wprowadzono dodatkowo rodzaje badań wg CT СЭВ 5373-85, tj. oznaczanie zawartości czynnika impregnującego oraz suchej pozostałości w paście,

d) pominięto oznaczanie zawartości żelaza, miedzi i magnezu,
e) pominięto metody badania Poreksu M — odmiana ta nie jest produkowana,

f) uściślono i ujednociono przygotowanie próbek do badań oraz dokładność ważenia,

g) wprowadzono aktualnie obowiązujący zapis stężeń roztworów.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-83/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

PN-89/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

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

PN-56/C-96022 Przetwory naftowe. Benzyna do ekstrakcji

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowania. Wymagania podstawowe

PN-73/O-79402 Opakowania transportowe tekturowe. Pudła

BN-87/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny bez obręczy

BN-85/6365-01 Folia opakowaniowa z polietylenu o małej gęstości
Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. — Prawo przewozowe (Dz.U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz.TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz.TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych wyłączonych z przewozu koleją oraz szczególnych warunków przewozu rzeczy niebezpiecznych dopuszczonych do przewozu (Dz.U. nr 32, poz. 169, z 1987 r.)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz.U. nr 67, poz. 301 z 1983 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej komunikacji kolejowej towarowej (SMGS) (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami

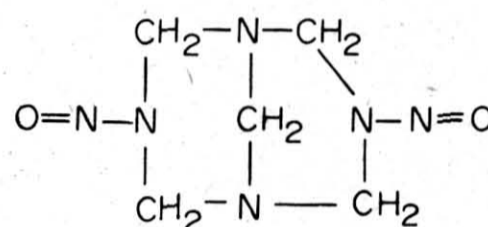
4. Normy międzynarodowe

RWPG CT СЭВ 5373-85 Химикаты-добавки до полимерных материалов. Динитрозоопентаметилентетрамин. Методы испытаний, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

5. WIADOMOŚCI OGÓLNE O DNPT

a) Wzór sumaryczny: C₅H₁₀O₂N₆.

b) Wzór strukturalny:



c) Masa cząsteczkowa: 186,173.

d) DNPT marki „Chempor 90“ jest substancją łatwo zapalającą się.

Temperatura samozapalenia produktu chemicznie czystego wynosi 90°C.

Dołna granica wybuchowości — 12,5 g/m³.

Minimalne stężenie wybuchowe tlenu — 5%.

Ulega wybuchowemu rozkładowi.

6. PRZEPISY UŻYTKOWANIA DNPT

Prace z DNPT powinny być prowadzone przy sprawnej wentylacji wywiewnej i przy bezwzględnym przestrzeganiu przepisów bhp. Niezbędne jest również stosowanie indywidualnych środków ochrony, takich jak: odzież ochronna, półmaska przeciwpyłowa, respirator, okulary ochronne, rękawice gumowe.

Jeśli podczas przechowywania nastąpi rozkład DNPT połączony z jej zapaleniem, wówczas akcją gaśniczą należy prowadzić przy użyciu wody. Niedopuszczalne jest stosowanie gaśnic chemicznych. Wyjątkowo można użyć gaśnicę proszkową tylko w początkowym stadium pożaru.

7. WYKAZ ROZBIEŻNOŚCI Z NORMĄ CT СЭВ 5373-85

a) Związane normy CT СЭВ zastąpiono odpowiednimi normami PN lub BN.

b) Przepisy transportowe podano wg obowiązujących w kraju przepisów dla materiałów niebezpiecznych.

c) Metody badań rozszerzono o metody wg BN-70/6045-05, tj. o metodę oznaczania zawartości DNPT i o metodę oznaczania pozostałości na sicie.

d) Pominięto metodę wagową oznaczania zawartości wody.

e) Oznaczanie pH wyciągu wodnego zastąpiono oznaczaniem pH zawiesiny wodnej.

f) Pominięto oznaczanie pozostałości po prażeniu.

g) Pominięto oznaczanie temperatury rozkładu.

8. Autorzy projektu normy — mgr inż. Zoja Kubiak, mgr inż. Bolesław Hancyk — Instytut Przemysłu Organicznego — Warszawa.