

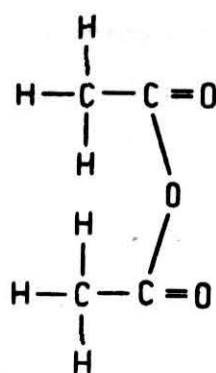
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki Bezwodnik octowy	6193-04
		Zamiast BN-69 6193-04 ✓
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest bezwodnik octowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Bezwodnik octowy ma:

- a) wzór sumaryczny $C_4H_6O_3$
b) wzór budowy



- c) masę cząsteczkową: 102,09 (1961),
d) nazwę systematyczną: bezwodnik metanokarbonylowy.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki bezwodnika octowego oznaczone:

- cz.d.a. - czysty do analizy (pro analysi),
cz. - czysty (purum).

2.2. Przykład oznaczenia bezwodnika octowego czystego do analizy:

BEZWODNIK OCTOWY cz.d.a. BN-75/6193-04

3. WYMAGANIA

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Wygląd	ciecz bezbarwna przeźroczysta	
b) Gęstość @ 20, g/cm ³	1,079±1,082	1,079±1,082
c) Bezwodnika octowego, %, nie mniej niż	98	97
d) Chlorków (Cl ⁻), %, nie więcej niż	0,0001	0,0002
e) Siarczanów (SO ₄ ²⁻), %, nie więcej niż	0,0002	0,0003
f) Fosforanów (PO ₄ ³⁻), %, nie więcej niż	0,0002	0,0005
g) Żelaza (Fe ³⁺), %, nie więcej niż	0,00005	0,00008
h) Metali ciężkich, (Pb ²⁺), %, nie więcej niż	0,0001	0,0003
i) Suchej pozostałości, %, nie więcej niż	0,003	0,003
j) Substancji redukujących KMnO ₄ w przeliczeniu na tlen, %, nie więcej niż	0,01	0,02

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Bezwodnik octowy należy dostarczać w butelkach wg BN-65/6831-13 pojemności 500

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Naczelnego Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
dnia 3 stycznia 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu towarowego od dnia 1 października 1975 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1975 poz. 11)

i 1000 cm³ oraz w balonach szklanych wg PN-62/6-79090 pojemności 60 dm³ umieszczonych w koszach wg BN-72/7167-04 i z kapturami wg BN-72/7167-05.

Butelki należy zamykać uszczelkami polietylenowymi i zabezpieczać nakrętkami z tworzywa sztucznego. Dopuszcza się stosowanie korków z drewna korkowego owiniętych tomfanem lub folią polietylenową.

Balony szklane należy zamykać korkami z drewna korkowego owiniętych tomfanem lub folią polietylenową. Zamknięcia powinny być szczelne.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowania i zamknięcia z tym zastrzeżeniem, że powinny zabezpieczać produkt w stopniu co najmniej równym jak wyżej wymienione i być zgodne z szeregiem wymiarowym wg PN-64/0-79021.

Opakowania jednostkowe należy znakować wg PN-70/C-80001 p. 4.

Na nalepkach należy umieścić czerwony pasek z napisem "Łatwopalny" i popielaty z napisem "Żrący" oraz oznaczenie klasy niebezpieczeństwa III i V. Sposób umieszczenia znaków powinien być zgodny z PN-71/C-80001 p. 4.2.3.

Butelki należy pakować do opakowań transportowych, zabezpieczając w sposób wg PN-70/C-80001 p. 3.3.6.

Na opakowaniach transportowych należy umieścić co najmniej:

- a) oznaczenie wg 2.2,
- b) znak niebezpieczeństwa dla materiałów łatwopalnych i żrących wg PN-67/0-79252 p. 2.3.3 i p. 2.3.6,
- c) znaki manipulacyjne wg PN-67/0-79252 p. 2.4.1 i p. 2.4.3.

4.2. Przechowywanie. Bezwodnik octowy należy przechowywać wg PN-70/C-80001 p. 5.

4.3. Transport. Bezwodnik octowy należy przewozić wg PN-70/C-80001 p. 6 krytymi środkami transportu kolejowego lub samochodowego zgodnie z obowiązującymi Przepisami o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN).

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować postanowienia PN-70/C-80047 z tym, że w przypadku opakowań pojemności 500 cm³ należy całą zawartość tych opakowań traktować jako próbki pierwotne.

Do pobierania próbek wybrać taką liczbę opakowań, aby średnia próbka laboratoryjna nie była mniejsza niż 2500 cm³.

Średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie części, z których jedną przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej w ciągu 3 miesięcy, a w przypadku eksportu w ciągu 6 miesięcy.

5.2. Opis badań

5.2.1. Postanowienia ogólne. We wszystkich oznaczeniach wymagających rozcieńczenia bezwodnika

octowego wodą należy bezwodnik octowy ostrożnie wlewać do wody równocześnie mieszając pręcikiem szklanym i chłodząc.

5.2.2. Sprawdzanie wyglądu. Do cylindra z bezbarwnego szkła o średnicy 20 mm wlać tyle badanego bezwodnika octowego, aby wysokość słupa cieczy wynosiła 100 mm. Następnie oglądać w świetle dziennym, nieuzbrojonym okiem wzdłuż osi cylindra na ciemnym tle.

5.2.3. Oznaczanie gęstości wykonać areometrem lub piknometrem wg PN-66/C-04004.

5.2.4. Oznaczanie zawartości bezwodnika octowego

5.2.4.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie składa się z dwóch części.

W pierwszej części oznacza się całkowitą kwasowość próbki przez miareczkowanie roztworem wodorotlenku sodowego. W drugiej części oznacza się kwas octowy powstały w wyniku reakcji bezwodnika octowego z aniliną.

Z różnicy objętości zużytego roztworu wodorotlenku sodowego w obu reakcjach oblicza się procentową zawartość bezwodnika octowego.

5.2.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Anilina świeżo przedestylowana, roztwór 3-procentowy.

b) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy: 0,5 g fenoloftaleiny rozpuścić w 100 cm³ alkoholu etylowego i dodać kroplami tyle roztworu wodorotlenku sodowego, aby uzyskać blad różowe zabarwienie.

c) Wodorotlenek sodowy - roztwór 0,5n.

5.2.4.3. Wykonanie oznaczania. W suchej pipetce wagowej odważyć około 1 g (m_1) badanego bezwodnika octowego z dokładnością do 0,0002 g i dodać do kolby pojemności 200 lub 250 cm³ zawierającej 50 cm³ wody. Kolbę zamknąć korkiem i mieszać ruchem okrężnym przez 60 s, następnie pozostawić w spokoju w ciągu 30 min. Po tym czasie dodać 0,15 cm³ roztworu fenoloftaleiny jako indykatora i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego (V_1) do zmiany zabarwienia na kolor różowy.

W drugiej suchej pipetce wagowej odważyć około 2 g (m_2) badanego bezwodnika octowego z dokładnością do 0,0002 g i dodać do kolby pojemności 200 lub 250 cm³, zawierającej 100 cm³ roztworu aniliny. Kolbę zamknąć korkiem i mieszać ruchem okrężnym przez 60 s do wypadnięcia białego osadu. Po wypadnięciu osadu kolbę pozostawić w spokoju w ciągu 30 min. Po tym czasie dodać 0,15 cm³ fenoloftaleiny jako indykatora i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego (V_2) do zmiany zabarwienia roztworu na kolor różowy.

Zawartość bezwodnika octowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \left(\frac{V_1}{m_1} - \frac{V_2}{m_2} \right) 0,05104 \cdot 100 = \left(\frac{V_1}{m_1} - \frac{V_2}{m_2} \right) 5,104$$

(1)

w którym:

V_1 - ilość ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta na zmiareczkowanie pierwszej próbki, cm^3 ,

V_2 - ilość ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta na zmiareczkowanie drugiej próbki, cm^3 ,

m_1 - odważka pierwszej próbki bezwodnika octowego, g,

m_2 - odważka drugiej próbki bezwodnika octowego, g,

0,05104 - ilość bezwodnika octowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

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

5.2.5. Oznaczenie zawartości chlorków (Cl^-) wykonać wg PN-68/C-04518 sposobem A. Do oznaczania odmierzyć 4,6 cm^3 (5 g) bezwodnika octowego. Roztworu nie należy zobojętniać.

Dla przygotowania roztworów porównawczych należy odmierzyć następujące ilości roztworu wzorcowego zawierającego w 1 cm^3 0,01 mg Cl^- :

dla odczynnika cz.d.a. - 0,5 cm^3 (0,005 mg) Cl^- ,
dla odczynnika cz. - 1,0 cm^3 (0,010 mg) Cl^- .

5.2.6. Oznaczenie zawartości siarczanów (SO_4^{2-}) wykonać wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3 sposobem A. Do oznaczania odmierzyć 9,3 cm^3 (10 g) bezwodnika octowego. Roztworu nie należy zobojętniać.

Dla przygotowania roztworów porównawczych należy odmierzyć następujące ilości roztworu wzorcowego, zawierającego w 1 cm^3 0,01 mg SO_4^{2-} :

dla odczynnika cz.d.a. - 2 cm^3 (0,02 mg) SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz. - 3 cm^3 (0,03 mg) SO_4^{2-} .

5.2.7. Oznaczenie zawartości fosforanów wykonać wg PN-68/C-04503 p. 2.3. Do oznaczania odmierzyć 9,3 cm^3 (10 g) bezwodnika octowego. Roztworu nie należy zobojętniać.

Dla przygotowania roztworów porównawczych należy odmierzyć następujące ilości roztworu wzorcowego zawierającego w 1 cm^3 roztworu 0,01 mg PO_4^{3-} :

dla odczynnika cz.d.a. - 2 cm^3 (0,02 mg) PO_4^{3-} ,
dla odczynnika cz. - 5 cm^3 (0,05 mg) PO_4^{3-} .

5.2.8. Oznaczenie zawartości żelaza wykonać wg PN-68/C-04521 p. 2.4. Do oznaczania odmierzyć 9,3 cm^3 (10 g) bezwodnika octowego. Dopuszcza się oznaczenie metodą rodankową wg PN-68/C-04521 p. 2.5.

5.2.9. Oznaczenie zawartości metali ciężkich w przeliczeniu na Pb^{2+} wykonać wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1. Do oznaczania odmierzyć 9,3 cm^3 (10 g) bezwodnika octowego. Roztworu nie należy zobojętniać.

Dla przygotowania roztworów porównawczych należy odmierzyć następujące ilości roztworu wzorcowe-

go ołowiu zawierającego w 1 cm^3 0,01 mg Pb^{2+} :
dla odczynnika cz.d.a. - 1 cm^3 (0,01 mg) Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz. - 3 cm^3 (0,03 mg) Pb^{2+} .

5.2.10. Oznaczenie zawartości suchej pozostałości. Do parownicy kwarcowej, ze szkła krzemianowego lub borokrzemianowego, uprzednio wysuszonej do stałej masy odmierzyć 46,3 cm^3 (50 g) bezwodnika octowego i odparować na łaźni wodnej do sucha. Następnie parownicę wraz z pozostałością suszyć do stałej masy w temperaturze $105 \pm 110^\circ\text{C}$. Zawartość suchej pozostałości obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

m_1 - masa suchej pozostałości, g,

m - masa próbki badanego bezwodnika, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,001 wartości bezwzględnej.

5.2.11. Oznaczenie substancji redukujących nadmanganian potasowy w przeliczeniu na tlen

5.2.11.1. Odczynniki

a) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 3-procentowy.

c) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,033n.

d) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,033n.

e) Skrobia - wskaźnik, roztwór 1-procentowy.

5.2.11.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby pojemności 250 cm^3 z doszlifowanym korkiem wlać 50 cm^3 roztworu kwasu siarkowego, dodać 4,6 cm^3 (5 g) bezwodnika octowego. Wytrząsać aż do całkowitego rozpuszczenia bezwodnika octowego. Po ochłodzeniu zawartości kolby do temperatury $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$ dodać z mikrobiurety pojemności 10 cm^3 roztwór nadmanganianu potasowego aż do uzyskania trwałego różowego zabarwienia. Następnie dodać nadmiar roztworu nadmanganianu potasowego w ilości 10 cm^3 . Odnotować całkowitą dodaną ilość roztworu nadmanganianu potasowego.

Próbkę pozostawić w ciemności na okres 40 min. Po upływie tego czasu dodać do kolby nadmiar roztworu jodku potasowego (około 10 cm^3) i wydzielony jod odmiareczkować za pomocą roztworu tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi jako wskaźnika.

Równolegle wykonać ślepią próbę, dodając te same ilości odczynników co w próbce badanej.

Zawartość substancji redukujących nadmanganian potasowy (X_3) w przeliczeniu na tlen obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,00026 \cdot 100}{m} = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,026}{m} \quad (3)$$

w którym:

V_1 - objętość ściśle 0,033n roztworu tio-

siarczanu sodowego zużytego na zmia-
reczkowanie próbki badanej, cm^3 ,

V_2 - objętość ściśle 0,033n roztworu tio-
siarczanu sodowego zużytego na odmia-
reczkowanie próby ślepej, cm^3 ,

0,00026 - ilość tlenu odpowiadająca 1 cm^3 ściś-
le 0,033n roztworu nadmanganianu po-

tasowego, g,

m - masa bezwodnika octowego, g.

5.3. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2 (metoda Z).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne OŚWIĘCIM w Oświęcimiu.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/6193-04

a) uaktualizowano normy związane oraz postanowienia dotyczące pakowania, przechowywania, transportu i pobierania próbek,

b) zmieniono metodą ilościowego oznaczania zawartości substancji redukujących nadmanganian potasowy,

c) zmieniono metodę oznaczania bezwodnika octowego.

3. Normy i dokumenty związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-72/G-79090 Balony szklane. Wymagania i badania techniczne

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-64/0-79021 System wymiarowy opakowań

PN-67/0-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-65/6831-13 Opakowania szklane artykułów chemicznych. Butelki typu POCh

BN-72/7167-04 Opakowania transportowe. Kosze wiklinowe do balonów szklanych

BN-72/7167-05 Opakowania transportowe. Kaptury wiklinowe do balonów szklanych w koszach

Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz.T. i ZK nr 20, poz. 84)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w Międzynarodowej Komunikacji Kolejowej - załącznik 4 (SMGS) (Dz.T. i Z.K. z 1966 r. nr 7 poz. 35)

Rozporządzenie Ministra Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U. Nr 35/71 poz. 310)

Obwieszczenia Ministra Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 1 września 1972 r. w sprawie zatwierdzenia szczegółowych przepisów bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.T. i Z.K. Nr 26 z 1972 r. poz. 115)

Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej Załącznik 10 (do art. 27, ust. 3 DKP).

4. Ostrzeżenie. Do opakowania z bezwodnikiem octowym nie wolno wlewać wody - grozi poparzeniem.

5. Katalogi

Belgia Katalog UCB 1973 r.

RFN Katalog firmy Marck 1973 r.