

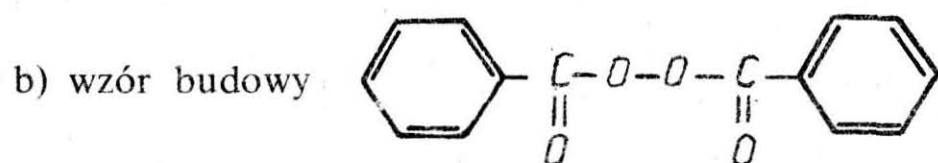
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-81
	Odczynniki	6193-80
	Nadtlenek benzoilu czysty	Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest nadtlenek benzoilu czysty otrzymywany w wyniku reakcji benzoilowania nadtlenku wodoru, stosowany jako odczynnik oraz jako inicjator w procesach polimeryzacji.

Nadtlenek benzoilu ma:

a) wzór sumaryczny: $C_{14}H_{10}O_4$



c) masę cząsteczkową: 242,24 (1974 r.),

d) inne nazwy: Lucidol, Perlygol, Luperco Wet, BP-99, Nyper BW,

e) właściwości wybuchowe.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. OZNACZENIE

NADTLENEK BENZOILU CZYSTY BN-81/6193-80

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Nadtlenek benzoilu czysty powinien mieć postać wilgotnego zbrylającego się produktu, barwy białej do jasnokremowej.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	
a) Zawartość wody, %, w granicach	20 ÷ 30
b) Nadtlenku benzoilu w produkcie wysuszonym, %, nie mniej niż	98,0
c) Tlenu aktywnego w produkcie wysuszonym, %, nie mniej niż	6,4
d) Temperatura topnienia produktu wysuszonego, °C, w granicach	105 ÷ 107
e) Chlorków (Cl ⁻) w produkcie wysuszonym, %, nie więcej niż	0,02
f) Siarczanów (SO ₄ ²⁻) w produkcie wysuszonym, %, nie więcej niż	0,005
g) Żelaza (Fe ³⁺) w produkcie wysuszonym, %, nie więcej niż	0,005
h) Metali ciężkich (Pb ²⁺) w produkcie wysuszonym, %, nie więcej niż	0,002
i) Zawartość wolnych kwasów (w przeliczeniu na kwas benzoesowy) w produkcie wysuszonym, %, nie więcej niż	0,2

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie

4.1.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoiki ze szkła oranżowego z nakrętką z tworzywa sztucznego, wyłożoną podkładką polietylenową lub pergaminową.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 24 stycznia 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1981 poz. 36)

Nakrętki należy dodatkowo zabezpieczyć taśmą samoprzylepną. Masa netto: 250 i 500 g.

Każdy rodzaj opakowania jednostkowego z zawartością po otwarciu, a nie całkowitym zużyciu, powinien być starannie zamknięty aby uniknąć obniżenia zawartości wody w danym opakowaniu.

4.1.2. Opakowania transportowe — worki z folii polietylenowej wg BN-77/6414-06 umieszczone w bębnoch ze sklejkki wg BN-76/7162-02. Masa netto 50 kg.

4.1.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.2.3, umieszczając dodatkowo znak niebezpieczeństwa dla materiałów wybuchowych wg PN-76/O-79251 p. 2.3.1.

4.1.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.3 umieszczając dodatkowo:

a) znak niebezpieczeństwa dla materiałów wybuchowych wg PN-76/O-79252 p. 2.3.1,

b) znaki manipulacyjne wg PN-76/O-79252 p. 2.4.3 i 2.4.4,

c) klasę niebezpieczeństwa — VII.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 × 1200 mm wg PN-75/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Nadtlenek benzoilu czysty należy przechowywać w wydzielonych budynkach magazynowych jednokondygnacyjnych, mających zabezpieczenie przeciwiskrowe. Temperatura pomieszczeń magazynowych nie powinna przekraczać 25°C. Opakowania z nadtlentem benzoilu nie mogą stać w pobliżu grzejników i nie mogą być wystawiane na działanie promieni słonecznych.

Nadtlenek benzoilu czysty przechowywany w ww. warunkach zachowuje własności użytkowe przez 12 miesięcy.

4.4. Transport nadtlenu benzoilu czystego powinien odbywać się wyłącznie transportem samochodowym zgodnie z przepisami dotyczącymi przewozu materiałów niebezpiecznych. Produkt należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości wody (3.2a),
- oznaczanie zawartości nadtlenu benzoilu (3.2b),
- oznaczanie zawartości tlenu aktywnego (3.2c),
- oznaczanie temperatury topnienia (3.2d),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2e),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2f),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2g),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2h),
- oznaczanie zawartości wolnych kwasów (3.2i).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady zgodne z PN-67/C-04500. Próbki należy pobierać próbnikiem nr 8 wg PN-74/C-60008 z całej

wysokości warstwy. Wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna być nie mniejsza niż 200 g. Osoba pobierająca próbki pierwotne powinna stosować sprzęt ochrony osobistej: rękawice gumowe i okulary.

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych należy wykonać wizualnie.

5.3.2. Oznaczanie zawartości wody. 2,0000g badanego nadtlenu benzoilu należy suszyć w temperaturze 60°C przez 3 h.

Zawartość wody (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

- m — odważka badanego nadtlenu benzoilu, g,
 m_1 — ubytek masy nadtlenu benzoilu po suszeniu, g.

Wysuszony nadtlenek benzoilu należy zachować do dalszych oznaczeń, stosując najwyższą ostrożność postępowania, ponieważ nadtlenek benzoilu suchy zaliczany jest do Ia klasy niebezpieczeństwa.

5.3.3. Oznaczanie zawartości nadtlenu benzoilu

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

- Metanol cz.d.a.
- Chloroform cz.d.a.
- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 50-procentowy.
- Kwas octowy cz.d.a., roztwór 50-procentowy.
- Skrobia cz.d.a., roztwór 3-procentowy w formamidzie.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. W suchej kolbie stożkowej pojemności 250 cm³ z doszlifowanym korkiem umieścić 0,2000 g badanego nadtlenu benzoilu wysuszonego wg 5.3.2 i dodać 20 cm³ chloroformu. Do otrzymanego roztworu dodać 1 cm³ roztworu kwasu octowego, 2 cm³ roztworu jodku potasowego, 25 cm³ metanolu, wymieszać i odstawić w ciemne miejsce na 20 min. Wydzielony jod odmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2 cm³ roztworu skrobi.

Równolegle należy wykonać ślepe próbę.

Zawartość nadtlenu benzoilu w produkcie wysuszonym (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,01211 \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

- V — objętość ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania próby badanej, cm³,
 V_1 — objętość ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania próby ślepej, cm³,
 0,01211 — ilość nadtlenu benzoilu odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego, g,
 m_2 — odważka badanego nadtlenu benzoilu, g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości tlenu aktywnego.

Z oznaczenia wykonanego wg 5.3.3.2 obliczyć zawartość tlenu aktywnego (X_3) w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0008 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym:

V, V_1 i m_2 — jak we wzorze (2),

0,0008 — ilość tlenu odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

5.3.5. Oznaczanie temperatury topnienia należy wykonać w aparacie elektrycznym do pomiaru temperatury typu Boëtius.

Dopuszcza się oznaczanie temperatury topnienia wg PN-70/C-04956,

Do oznaczania należy stosować nadtlenek benzoilu wysuszony wg 5.3.2.

5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego nadtlenu benzoilu wysuszonego wg 5.3.2 umieścić w cylindrze pomiarowym pojemności 50 cm³ z doszlifowanym korkiem. Dodać 20 cm³ wody, 1 cm³ kwasu azotowego, wstrząsać przez 5 min i przesączyć przez sączek odmyty od jonów chlorkowych (próbę z azotanem srebra).

Dalsze oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

Badany nadtlenek benzoilu odpowiada wymaganiom niniejszej normy, jeżeli opalescencja powstała w badanym roztworze nie będzie intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 0,1 mg Cl⁻.

5.3.7. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego nadtlenu benzoilu wysuszonego wg 5.3.2 umieścić w cylindrze pomiarowym pojemności 50 cm³ z doszlifowanym korkiem. Dodać 15 cm³ wody, 1 cm³ kwasu solnego, wstrząsać przez 5 min i przesączyć. Dalsze oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3, nie uzupełniając objętości do 46 cm³.

Badany nadtlenek benzoilu odpowiada wymaganiom niniejszej normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 0,05 mg SO₄²⁻.

5.3.8. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04521.03 p.4.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego nadtlenu benzoilu wysuszonego wg 5.3.2 umieścić w cylindrze pomiarowym pojemności 50 cm³ z doszlifowanym korkiem. Dodać 25 cm³ wody, 1 cm³ kwasu solnego, wstrząsać przez 5 min i przesączyć. Do przesączu dodać 0,5 cm³ nadtlenu wodoru, 5 cm³ roztworu rodanku amonowego i po upływie 2 min wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04521.03 p. 8.

Badany nadtlenek benzoilu odpowiada wymaganiom niniejszej normy, jeżeli absorbancja roztworu badanego nie będzie większa od absorbancji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 0,05 mg Fe³⁺.

5.3.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)**5.3.9.1. Odczynniki i roztwory**

a) Kwas solny cz.d.a. (1.18).
b) Winian potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
c) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
d) Tioacetamid cz.d.a., roztwór 2-procentowy, trwały przez 3 dni.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb²⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.36a) i rozcieńczony 0,001N roztworem kwasu octowego w stosunku 1:99.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb²⁺.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego nadtlenu benzoilu wysuszonego wg 5.3.2 umieścić w cylindrze pomiarowym pojemności 25 cm³ z doszlifowanym korkiem. Dodać 10 cm³ wody, 1 cm³ kwasu solnego, wstrząsać przez 5 min i przesączyć. Do przesączu dodać kolejno mieszając 0,5 cm³ roztworu winianu potasowego, 2 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego i 1,5 cm³ roztworu tioacetamidu.

Badany nadtlenek benzoilu odpowiada wymaganiom niniejszej normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 0,02 mg Pb²⁺.

5.3.10. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów w przeliczeniu na kwas benzoesowy.**5.3.10.1. Odczynniki i roztwory**

a) Metanol cz.d.a.
b) Metanol cz.d.a., roztwór wodny (1 część wagowa alkoholu + 9 części wagowych wody).
c) Fenoloftaleina cz.d.a., roztwór 1-procentowy alkoholowy.
d) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór nasycony.
e) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.
f) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 3,0000 g badanego nadtlenu benzoilu wysuszonego wg 5.3.2 umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250 cm³ z doszlifowanym korkiem. Dodać 50 cm³ metanolu, wymieszać i odstawić na 20 min. Po tym czasie dodać 50 cm³ wody i ponownie energicznie wymieszać. Jeżeli wymieszanie nie jest dokładne roztwór staje się emulsją, której nie można przesączyć.

Roztwór przesączyć do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ z doszlifowanym korkiem. Sączek przemyć roztworem metanolu. Do przesączu dodać 2 cm³ roztworu jodku potasowego i odstawić w ciemne miejsce na 30 min. Po tym czasie miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego do odbarwienia, a następnie miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny do pojawienia się trwałego różowego zabarwienia. Równolegle należy wykonać ślepią próbę.

Zawartość wolnych kwasów w przeliczeniu na kwas benzoesowy (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot 0,0122 \cdot 100}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

V_2 — objętość ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próby badanej, cm^3 ,

V_3 — objętość ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próby, cm^3 ,

0,0122 — ilość kwasu benzoesowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

m_3 — odważka badanego nadtlenku benzoilu, g.

5.4. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczeń należy wykonać zgodnie z PN-70/N-02120 metodą Z.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne ORGANIKA—ARGON w Łodzi.

2. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-62/CZSP/E — 12/33.

3. Normy i dokumenty związane

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

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-75/C-04521.03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyanianu amonowego

PN-70/C-04956 Odczynniki. Oznaczanie temperatury topnienia

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

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

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 — EUR

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb. Butelki i słoje do odczynników. Wymagania i badania

PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-77/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

BN-76/7162-02 Opakowania transportowe drewniane. Bębny ze sklejek

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

Rozporządzenie Ministrów 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, poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971 r.)

Obwieszczenie Ministrów 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. TiZK nr 26, poz. 115 z 1972 r.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej — załącznik 4 do umowy SMGS (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.)

Regulamin międzynarodowy dla przewozu koleją towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik nr 1 do konwencji CIM (Dz. U. Nr 21, poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.)

Instrukcja o ładowaniu i wyładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 24/1963, poz. 123)

4. Symbol wg SWW — 1331-42.

5. Autor projektu normy — mgr Barbara Głuszek — Zakłady Chemiczne ORGANIKA—ARGON.