

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Substancje specjalnie czyste <b>Benzen specjalnie czysty do chromatografii</b>	6195-03
		Grupa katalogowa X 54 <sup>1)</sup>

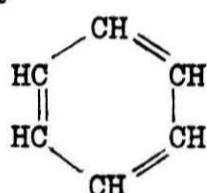
1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest benzen specjalnie czysty stosowany jako rozpuszczalnik do chromatografii.

Benzen ma:

a) wzór ogólny  $C_6H_6$ ,

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 79,11 (1961).

1.2. Normy związane

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

PN-65/C-04086 Przetwory naftowe. Oznaczanie zawartości wody metodą Fischera

PN-68/C-04952 Analiza chemiczna. Oznaczanie współczynnika załamania światła produktów organicznych

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

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

PN-65/C-97079 Produkty węglpochodne. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu produktów benzolowych

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

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

2. OZNACZENIE

BENZEN sp. cz. do chromatografii BN-72/6195-03  
SWW 1331 - 115

<sup>1)</sup>Symbol wg SWW: 1331 - 115.

3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Benzen sp. cz. do chromatografii powinien być cieczą bezbarwną, klarowną o charakterystycznym zapachu, trudno rozpuszczalną w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne

Wymagania	
a) Gęstość $\rho_4^{20}$ , g/cm <sup>3</sup>	0,878 ÷ 0,880
b) Benzenu, %, nie mniej niż	99,5
c) Zawartość tiofenu	wg 5.4.3
d) Pozostałość po odparowaniu, %, nie więcej niż	0,0005
e) Współczynnik załamania światła $n_D^{20}$	1,5002 ÷ 1,5015
f) Wody, %, nie więcej niż	0,03

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Benzen sp. cz. do chromatografii należy pakować w butelki szklane pojemności 500, 750, 1000 cm<sup>3</sup> wg PN-70/C-80001. Po uzgodnieniu z producentem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania wg PN-70/C-80001. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać wg PN-70/C-80001, znakowanie opakowań transportowych wg PN-67/O-79252 p. 2.3.3 i 2.3.5 oraz wg PN-70/C-80001.

**4.2. Przechowywanie.** Benzen sp. cz. do chromatografii należy przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001.

**4.3. Transport.** Benzen sp. cz. do chromatografii należy przewozić dowolnymi środkami transportowymi zgodnie z przepisami dla materiałów łatwopalnych. Przy przewozie koleją opakowania z benzenem należy ładować zgodnie z przepisami kolejowymi <sup>2)</sup>.

<sup>2)</sup>Patrz Informacje dodatkowe.

Zakłady Koksochemiczne „Hajduki”  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 22 grudnia 1971 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1972 r.  
(Mon. Pol. nr 19/1972 poz. 118)

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie gęstości,
- oznaczanie zawartości benzenu,
- oznaczanie zawartości tiofenu,
- oznaczanie pozostałości po odparowaniu,
- oznaczanie współczynnika załamania światła,
- oznaczanie zawartości wody.

**5.2. Wielkość partii.** Partię produktu stanowi jednorazowa wysyłka benzenu sp. cz. do chromatografii zgłoszona do badań odbiorczych.

**5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej.** Próbki należy pobrać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Oznaczanie gęstości** — wg PN-66/C-04004 za pomocą areometru przyjmując we wzorze na obliczanie gęstości wartość współczynnika  $\gamma$  równą 0,0009

### 5.4.2. Oznaczanie zawartości benzenu

#### 5.4.2.1. Przyrządy

- Chromatograf gazowy.
- Łącznia wodna elektryczna.
- Planimetr biegunowy.

#### 5.4.2.2. Odczynniki

- $\beta$ ,  $\beta'$ -dwuoksypropionitryl do chromatografii gazowej.
- Aceton cz.d.a.
- Chromosorb P, wąska frakcja w zakresie 0,1 ÷ 0,3 mm.
- Etylobenzen cz.d.a.

**5.4.2.3. Przygotowanie wypełnienia do kolumny chromatograficznej.** Chromosorb P (nośnik) wysuszyć w temperaturze 150°C, następnie odważyć 80 g i załać roztworem 20 g  $\beta$ ,  $\beta'$ -dwuoksypropionitrylu w 100 cm<sup>3</sup> acetonu. Aceton odparować na łąźni wodnej ciągle mieszając, a następnie wysuszyć wypełnienie w temperaturze 70°C do całkowitego usunięcia rozpuszczalnika. Tak przygotowane wypełnienie wsypać do kolumny i ubijać równomiernie. Łączna długość kolumny przy średnicy wewnętrznej 4 ÷ 6 mm powinna być nie mniejsza niż 2 m.

**5.4.2.4. Przygotowanie próbki.** Jako wzorzec wewnętrzny należy stosować etylobenzen. W kolbie pojemności 150 cm<sup>3</sup> należy odważyć około 100 g badanej próbki benzenu z dokładnością do 0,01 g i dodać 0,5 g etylobenzenu odważonego z dokładnością do 0,0002 g. Mieszaninę dokładnie wymieszać. Obliczyć dokładną zawartość procentową etylobenzenu w otrzymanej mieszaninie.

**5.4.2.5. Wykonanie oznaczania.** Oznaczanie należy wykonać zgodnie z instrukcją obsługi danego typu chromatografu w temperaturze 65°C. Ilość wprowadzonej próbki i czułość należy dobrać tak, aby powierzchnia pików etylobenzenu oznaczona za pomocą planimetru biegunowego wyniosła co najmniej 4 cm<sup>2</sup>. Zawartość benzenu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = 100 - \left( \frac{D \cdot m}{S} + W \right)$$

w którym:

- D- suma powierzchni pików zanieczyszczeń, cm<sup>2</sup>,
- m- dodana ilość etylobenzenu, %,
- S- powierzchnia pików etylobenzenu, cm<sup>2</sup>,
- W- zawartość wody oznaczona wg 5.4.6, %.

**5.4.2.6. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,10%.

### 5.4.3. Oznaczanie zawartości tiofenu

#### 5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Izatyna cz.d.a., roztwór przygotowany w następujący sposób: 0,1 g izatyny rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego cz.d.a. (1,82).

b) Roztwór zawierający jony żelazawe, przygotowany w następujący sposób: 12 g siarczanu żelazawego cz. rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego cz.d.a. (1,82).

**5.4.3.2. Wykonanie oznaczania.** 4 cm<sup>3</sup> roztworu przygotowanego wg 5.4.3.1 b) i 10 cm<sup>3</sup> badanego benzenu wprowadzić do cylindra pomiarowego z doszlifowanym korkiem pojemności 25 cm<sup>3</sup>, dodać 0,3 cm<sup>3</sup> roztworu izatyny wg 5.4.3.1 a) i wstrząsać przez 5 min na wytrząsarce o częstotliwości 100 ÷ 200 skoków na 1 min i długości skoku 50 mm. Dopuszcza się wytrząsanie ręczne. Po 15-minutowym odstaniu nie powinna się utworzyć fioletowa lub brązowa obwódka na pograniczu warstw benzenu i kwasu.

**5.4.4. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu** — wg PN-65/C-97079 z tym że wynik otrzymany w mg/100 cm<sup>3</sup> należy podzielić przez wartość gęstości oznaczonej wg 5.4.1.

**5.4.5. Oznaczanie współczynnika załamania światła** — wg PN-68/C-04952.

**5.4.6. Oznaczanie zawartości wody** — wg PN-65/C-04086 metodą bezpośrednią.

**5.5. Zaokrąglanie wyników.** Wyniki wszystkich oznaczeń należy podawać po zaokrągleniu uzyskanych wartości wg PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

**5.6. Zaświadczenie o wynikach badań.** Do każdej partii benzenu sp. cz. do chromatografii wytwórca zobowiązany jest wystawić zaświadczenie stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6195-03

Przepisy o ładowaniu i wyładowaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik Nr 10 (do art. 27 ust. 4 pkt. 4 DKP).