

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	<b>BN-76</b>
	<b>Pentaerytryt techniczny</b>	<b>6026-09</b>
		Zamiast BN-63/6026-09
		Grupa katalogowa X 21

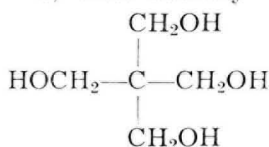
## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest pentaerytryt techniczny otrzymywany przez kondensację aldehydu mrówkowego i aldehydu octowego.

Pentaerytryt ma:

a) wzór sumaryczny  $C_5H_{12}O_4$

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 136,14 (1961 r.).

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Pentaerytryt stosowany jest do produkcji czteronitropentaerytrytu w przemyśle farb i lakierów oraz w przemyśle tworzyw sztucznych.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od stopnia czystości rozróżnia się 3 gatunki pentaerytrytu technicznego, oznaczone kolejnymi cyframi rzymskimi: I, II, III.

**2.2. Przykład oznaczenia pentaerytrytu gatunku II:**

PENTAERYTRYT II BN-76/6026-09

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Pentaerytryt techniczny powinien być krystalicznym proszkiem o zabarwieniu białym lub białym z odcieniem żółtym albo szaroniebieskim i nie powinien wykazywać ostrego zapachu.

**3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne** — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	I	II	III
a) Temperatura topnienia, °C, nie niższa niż	247,5	225	220
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,05	0,08	0,1
c) Wody i substancji lotnych, %, nie więcej niż	0,5	0,5	0,5
d) Popiołu, %, nie więcej niż	0,06	0,07	0,09
e) pH 5-procentowego roztworu wodnego	5 ÷ 7	5 ÷ 7	5 ÷ 7
f) Cukrów w przeliczeniu na glikozę, %, nie więcej niż	0,3	0,4	0,5
g) Liczba wodorotlenowa w mg KOH na 1 g pentaerytrytu, nie mniej niż	1615	1560	1540
h) Masa nasykowa, g/dm <sup>3</sup>	720 ÷ 780	670 ÷ 756	656 ÷ 750
i) Przesiew z sita o boku oczka kwadratowego, 0,2 mm, %, nie więcej niż <sup>1)</sup>	22	nie oznacza się	nie oznacza się
j) Przesiew z sita o boku oczka kwadratowego 2 mm, %, nie mniej niż <sup>1)</sup>	85	nie oznacza się	nie oznacza się

<sup>1)</sup> Oznaczenie wykonuje się na żądanie odbiorcy.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA  
 Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA  
 dnia 13 września 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji  
 i obrotu od dnia 1 lipca 1977 r.  
 (Dz. Norm. i Miar nr 25/1976 poz. 106)

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Pentaerytryt należy pakować do worków papierowych pięciowarstwowych OK4+1 Ap wg PN-70/P-79005 w ilości nie większej niż 50 kg. Do pakowania pentaerytrytu I, w workach papierowych należy dodatkowo umieszczać wkładki z folii polietylenowej wg BN-74/6365-01 o wymiarach 600×1100.

Sposób zamknięcia i wymiary worków papierowych powinny być zgodne z PN-68/O-79027. Przy wysyłkach drobnicowych worki papierowe z pentaerytrytem należy dodatkowo umieszczać w workach z tkaniny.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-67/O-79252 w sposób widoczny, umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- nr partii i datę produkcji,
- masę brutto i netto.

Pakowanie i znakowanie partii eksportowych należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

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

**4.3. Przechowywanie.** Pentaerytryt należy magazynować w pomieszczeniach suchych i przewiewnych, z dala od przewodów parowych.

W magazynach z posadzką betonową opakowania należy ustawiać na kratkach drewnianych.

**4.4. Transport.** Pentaerytryt należy przewozić w krytych i szczelnych wagonach wykluczając możliwość zawilgocenia produktu.

Przy przewozie koleją należy ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając opakowany wg 4.1 produkt przed przemieszczaniem się w czasie transportu, w sposób zgodny z Przepisami kolejowymi o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

W transporcie samochodowym należy ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu i rozładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),

- oznaczanie temperatury topnienia (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości wody i substancji lotnych (3.2c),
- oznaczanie zawartości popiołu (3.2d),
- oznaczanie pH 5-procentowego roztworu wodnego (3.2e),
- oznaczanie zawartości cukrów (3.2f),
- oznaczanie liczby wodorotlenowej (3.2g),
- oznaczanie masy nasypowej (3.2h),
- oznaczanie przesiewu z sita o boku oczka kwadratowego 0,2 mm (3.2i),
- oznaczanie przesiewu z sita o boku oczka kwadratowego, 2 mm (3.2j).

**5.2. Wielkość partii.** Partię pentaerytrytu stanowi najwyżej 2500 opakowań.

**5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej** przeprowadzić wg PN-67/C-04500. Próbkę należy pobierać z worków wybranych losowo w zależności od liczności opakowań, w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wylosować do pobrania próbek
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
251 ÷ 2500	16

Próbki należy pobierać próbnikiem 14 ÷ 16 wg PN-74/C-60008 z całej warstwy produktu. Ilość pobieranych prób pierwotnych z jednego opakowania powinna być taka, aby po sporządzeniu próbki ogólnej i wymieszaniu jej można było wydzielić z niej średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 1000 g.

Część średniej próbki laboratoryjnej do analizy kontrolnej przechowywać w słoikach z doszlifowanym korkiem przez 3 miesiące w przypadku odbiorcy krajowego, a przez 6 miesięcy w przypadku odbiorcy zagranicznego.

### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych** wykonać organoleptycznie.

**5.4.2. Oznaczanie temperatury topnienia** przeprowadzić wg PN-70/C-04956, stosując termo-

metry o zakresie  $0 \div 200^{\circ}\text{C}$  i działce elementarnej  $1^{\circ}\text{C}$ , a następnie  $200 \div 250^{\circ}\text{C}$  i  $250 \div 300^{\circ}\text{C}$  o działce elementarnej  $0,5^{\circ}\text{C}$ .

Próbkę do oznaczania wysuszyć w temperaturze  $110 \div 120^{\circ}\text{C}$  w ciągu 1 godz i rozetrzeć.

**5.4.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie** przeprowadzić wg PN-74/C-04517. Nierozpuszczalną pozostałość na sączku przemyć 3 razy porcjami wody po  $50\text{ cm}^3$ .

**5.4.4. Oznaczanie zawartości wody i substancji lotnych**

**5.4.4.1. Wykonanie oznaczania.** 5 g pentaerytrytu odważonego z dokładnością do 0,0002 g suszyć w temperaturze  $100 \div 105^{\circ}\text{C}$  do stałej masy.

Zawartość wody i substancji lotnych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- $m$  — odważka badanego pentaerytrytu, g,
- $m_1$  — masa badanego pentaerytrytu po wysuszeniu, g.

**5.4.4.2. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10%.

**5.4.5. Oznaczanie zawartości popiołu** przeprowadzić wg PN-73/C-97065, odważając 10 g pentaerytrytu z dokładnością do 0,01 g. Do oznaczania używać tygla wysokości 61 mm.

**5.4.6. Oznaczanie pH**

**5.4.6.1. Wykonanie oznaczania.** Przygotować 5-procentowy roztwór pentaerytrytu w wodzie, której pH wynosi  $6,0 \div 7,0$ . Pomiar pH przeprowadzić pehametrem z zastosowaniem elektrody szklanej i kalomelowej.

**5.4.6.2. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1 pH.

**5.4.7. Oznaczanie zawartości cukrów w przeliczeniu na glikozę**

**5.4.7.1. Odczynniki i roztwory**

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1N.
- b) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1N.
- c) Roztwór I Bertranda przygotowany w następujący sposób: 40 g siarczanu miedziowego ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) cz.d.a. rozpuścić w  $1000\text{ cm}^3$  wody.
- d) Roztwór II Bertranda przygotowany przez rozpuszczenie 200 g winianu sodowo-potasowego

( $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) cz.d.a. i 50 g wodorotlenku sodowego cz.d.a. w  $1000\text{ cm}^3$  wody.

e) Roztwór III Bertranda przygotowany przez rozpuszczenie 50 g siarczanu żelazowego ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ) cz.d.a. i  $200\text{ cm}^3$  kwasu siarkowego (1,84) w  $1000\text{ cm}^3$  wody.

f) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.

**5.4.7.2. Wykonanie oznaczania.** 50 g pentaerytrytu odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w  $500\text{ cm}^3$  gorącej wody, ostudzić, przesączyć do kolby pomiarowej pojemności  $1000\text{ cm}^3$  i uzupełnić wodą do kreski.  $100\text{ cm}^3$  tak przygotowanego roztworu przenieść do kolby stożkowej pojemności  $500\text{ cm}^3$ , dodać  $40\text{ cm}^3$  roztworu kwasu solnego i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 30 min. Po ostudzeniu dodać  $30\text{ cm}^3$  roztworu wodorotlenku sodowego i po  $20\text{ cm}^3$  roztworu I i II Bertranda. Zawartość kolby wymieszać, ogrzewać przez 5 min do wrzenia i utrzymać w stanie wrzenia dokładnie przez 3 min. Następnie kolbę odstawić na chwilę do odstania się osadu tlenku miedziawego.

Ciecz zdekantować i przesączyć ją przez tygiel Schotta G-4 uprzednio przemyty gorącą wodą. Osad w kolbie przemyć około  $100\text{ cm}^3$  gorącej wody, zdekantować i ciecz przesączyć przez uprzednio użyty tygiel. Przy dekantacji i sączeniu należy uważać, aby jak najmniej osadu przedostawało się do tygla i aby tygiel był stale napełniony cieczą.

Do kolby z osadem dodać  $20\text{ cm}^3$  roztworu III Bertranda i po rozpuszczeniu osadu zawartość kolby przesączyć do kolby ssawkowej, przez uprzednio używany tygiel.

Kolbę stożkową spłukać dalszymi porcjami roztworu III Bertranda o łącznej objętości  $30\text{ cm}^3$  i przesączyć przez ten sam tygiel.

Następnie kolbę, w której znajdował się osad oraz tygiel, przemyć gorącą wodą, wodę z przemycia dołączyć do kolby ssawkowej, po czym całość roztworu miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego do różowego zabarwienia.

**5.4.7.3. Obliczanie wyników oznaczania**

a) ilość miedzi zredukowanej w czasie miareczkowania obliczyć w mg wg wzoru

$$X_1 = V \cdot 6,36 \quad (2)$$

w którym:

$V$  — ilość 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ ,

6,36 — ilość miedzi odpowiadająca  $1\text{ cm}^3$  0,1N roztworu nadmanganianu potasowego, mg;

b) odczytać z tabl. 3 ilość glikozy odpowiadającą ilości zredukowanej miedzi obliczonej wg a);

Tablica 3

Miedź	Glikoza	Miedź	Glikoza	Miedź	Glikoza
mg		mg		mg	
10	6,0	60	30,5	110	58,4
15	8,25	65	33,2	115	61,3
20	9,8	70	35,9	120	64,2
25	12,3	75	38,6	125	67,2
30	14,9	80	41,4	130	70,1
35	17,4	85	44,2	135	73,3
40	20,0	90	47,0	140	76,2
45	22,6	95	49,8	145	79,3
50	25,2	100	52,6	150	82,4
55	27,8	105	55,5	155	85,6

c) zawartość cukrów w przeliczeniu na glikozę ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 10 \cdot 100}{1000 \cdot m} = \frac{a}{m} \quad (3)$$

w którym:

$a$  — ilość glikozy odczytana z tablicy, mg,

$m$  — odważka pentaerytrytu, g.

**5.4.7.4. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,03%.

#### 5.4.8. Oznaczanie liczby wodorotlenowej

##### 5.4.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Fenoloftaleina, roztwór 1-procentowy w mieszaninie pirydyny i wody, użytych w stosunku 1:1.

b) Odczynnik acetylujący sporządzony w sposób następujący: 100 cm<sup>3</sup> bezwodnika octowego cz. dopełnić do 1000 cm<sup>3</sup> świeżo destylowaną pirydyną zawierającą najwyżej 0,3% wody. Odczynnik nie można przechowywać dłużej niż 12 godz.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1N.

**5.4.8.2. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 0,4 g pentaerytrytu z dokładnością do 0,0002 g i umieścić w suchej kolbie do acetylowania. Dodać 20 cm<sup>3</sup> świeżo przygotowanego odczynnika acetylującego i ogrzewać przez 2 godz pod chłodnicą zwrotną na łaźni o temperaturze 95÷98°C. Następnie kolbę wraz z chłodnicą wstawić na kilka minut do łaźni z lodem, chłodnicę przemyć 20 cm<sup>3</sup> wody i po ochłodzeniu natychmiast miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego, dodając 2 krople roztworu fenoloftaleiny.

Jednocześnie przygotować ślepa próbę polegającą na wykonaniu analogicznego oznaczania lecz bez pentaerytrytu.

Liczbę wodorotlenową ( $X$ ) obliczyć w mg KOH na 1 g pentaerytrytu wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 56,1}{m} \quad (4)$$

w którym:

$V_1$  — objętość 1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego na zmiareczkowanie ślepej próby, cm<sup>3</sup>,

$V_2$  — objętość 1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego na zmiareczkowanie próby badanej, cm<sup>3</sup>,

$m$  — odważka pentaerytrytu, g,

56,1 — masa cząsteczkowa KOH.

**5.4.8.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10 mg.

**5.4.9. Oznaczanie masy nasypowej** — wg PN-64/C-89054. Masę nasypową ( $X$ ) obliczyć w g/cm<sup>3</sup> wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m) \cdot 1000}{200} = (m_1 - m) \cdot 5 \quad (5)$$

w którym:

$m$  — masa pustego naczynia, g,

$m_1$  — masa naczynia z zawartością, g,

200 — objętość pentaerytrytu w naczyniu cylindrycznym, cm<sup>3</sup>.

**5.4.10. Oznaczanie przesiewu z sit** przeprowadzić metodą suchą wg PN-71/C-04501 p. 4.3, biorąc do oznaczania 100 g preparatu odważonego z dokładnością do 0,01 g. Oznaczanie przeprowadzić na zestawie dwóch sit okrągłych o średnicy 165 mm i boku oczka kwadratowego 2 mm oraz 0,2 mm, używając wstrząsarki mechanicznej poziomej o prędkości 70÷80 ruchów na minutę, np. typ WV-3. Dopuszcza się dodatkowe używanie pędzelka do wymiatania posiadanych ziaren pentaerytrytu do naczynka wagowego. Czas przesiewania 15 min.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 1%.

**5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb** dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów wg 3.2 należy wykonać zgodnie z PN-70/N-02120, metoda Z.

**5.6. Ocena wyników badań.** Partię pentaerytrytu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy jeżeli wyniki badań wg 5.1 są zgodne z wymaganiami wg 3.1 i 3.2.

**5.7. Zaświadczenie o wynikach badań.** Dla każdej partii wysłanego produktu wytwórca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

**INFORMACJE DODATKOWE**

**1. Instytucja opracowująca normę** — Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego ORGANIKA-ROKITA.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6026-09**

a) rozszerzono wymagania jakościowe dla pentaerytrytu w gat. I, wprowadzając oznaczanie przesiewu z sita o boku oczka kwadratowego 0,2 mm i 2 mm,

b) podwyższono dla pentaerytrytu w gat. I: temperaturę topnienia do 247,5°C z 247°C, liczbę wodorotlenową do 1615 mg/g z 1600 mg/g, masę nasypową do 720÷780 g/dm<sup>3</sup> z 700÷750 g/dm<sup>3</sup>,

c) uaktualniono sposób i warunki pakowania, przechowywania i transportu pentaerytrytu.

**3. Normy i dokumenty związane**

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

PN-71/C-04501 Analiza sitowa. Wytyczne wykonywania

PN-74/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

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

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

PN-74/C-89054 Tworzywa sztuczne. Oznaczanie gęstości pozornej tłoczyw oraz współczynnika sprasowania

PN-73/C-97065 Produkty węglowodorne. Oznaczanie zawartości popiołu

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

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

PN-67/O-75252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

BN-74/6365-01 Folia z polietylenu

Przepisy kolejowe o ładowaniu i wyładowywania wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (Do art. 27 ust. 4, p. 4 DKP)

Instrukcja o ładowaniu i rozładowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. Mon. Pol. nr 23 poz. 123.

**4. Normy zagraniczne**

ZSRR ГОСТ 9286-59 Пентаэритрит для лакокрасочной промышленности

Japonia JIS K-1510 Pentaerythritol

**5. Autor projektu normy** — inż. Zofia Nowak-Anderson — NZPO ORGANIKA-ROKITA.