

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-90
	Produkty organiczne	6026-22
	Kwas adypinowy techniczny	Zamiast BN-72/6026-22
		Grupa katalogowa 1021

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest kwas adypinowy otrzymywany przez utlenianie cykloheksanolu kwasem azotowym.

Kwas adypinowy ma:

- wzór chemiczny  $\text{HOOC}(\text{CH}_2)_4\text{COOH}$ ,
- masę molową 146,14 g/mol,
- inną nazwę — kwas butanodikarboksylowy — 1,4.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Kwas adypinowy stosuje się do produkcji włókien sztucznych, plastyfikatorów, lakierów, klejów.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości głównego składnika i ilości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki kwasu adypinowego oznaczone symbolem I i II.

**2.2. Przykład oznaczenia** kwasu adypinowego gatunku I:

KWAS ADYPINOWY TECHNICZNY I BN-90/6026-22

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Kwas adypinowy powinien być białym, drobnokrystalicznym proszkiem.

**3.2. Wymagania fizykochemiczne** — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Kwasu adypinowego, %( <i>m/m</i> ), nie mniej niż	99,6	99,0
b) Temperatura topnienia, °C	151-153	151-153
c) Wody, %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,3	0,5
d) Popiołu, %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,003	0,01
e) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,0004	0,002
f) Metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,0002	0,0002
g) Azotu azotanowego (N), %( <i>m/m</i> ) nie więcej niż	0,00025	0,00050
h) Barwa po ogrzaniu z glikolem propylenowym w jednostkach skali Hazena, nie więcej niż	80	nie oznacza się

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Kwas adypinowy należy pakować po 50 kg do worków z folii polietylenowej grubości 0,04 mm wykonanych wg wymagań określonych

w PN-81/O-79781 wsuniętych do worków papierowych, pięciowarstwowych z wkładką bitumiczną wg PN-76/P-79005 i wymiarach zgodnych z PN-82/O-79027.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowania uzgodniony pomiędzy dostawcą, odbiorcą i przewoźnikiem, zabezpieczający produkt w sposób nie gorszy niż ww. opakowanie oraz mający wymiary zgodne z PN-89/O-79021.

Na każdym opakowaniu należy umieścić stosownie do postanowień PN-85/O-79252 trwałą napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórcy,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii,
- masę netto,
- liczbę warstw składowania,
- liczbę warstw ładowania.

Znakowanie partii eksportowych należy każdorazowo uzgodnić z odbiorcą.

W przypadku stosowania paletyzacji opakowania należy formować na paletach 800 × 1200 mm wg PN-88/M-78216 zgodnie z PN-89/O-79021. Ładunek na palecie powinien tworzyć zwartą, stabilną jednostkę ładunkową.

**4.2. Przechowywanie.** Kwas adypinowy należy przechowywać w pomieszczeniach krytych, suchych i prze-

wiewnych. Liczba warstw worków ułożonych płasko nie powinna przekraczać 5.

**4.3. Transport.** Kwas adypinowy należy przewozić krytymi środkami transportowymi zgodnie z obowiązującymi przepisami dla transportu kolejowego i drogo-

Zgłoszona przez Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „BLACHOWNIA”  
Ustanowiona przez Dyrektora IChP dnia 19 grudnia 1990 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1992 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1991, poz. 13)

wego<sup>1)</sup>. Worki z kwasem adypinowym należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportowego i w tylu warstwach, aby ładunek tworzył zwartą całość. Liczba warstw worków ułożonych płasko nie powinna przekraczać 5.

Kwas adypinowy techniczny jest materiałem nie stwarzającym zagrożenia w transporcie i nie podlega przepisom RID/ADR.

## 5. BADANIA

### 5.1. Program badań — wg tablicy 2.

Tablica 2

Rodzaj badań	Gatunek I		Gatunek II	
	pełne	niepełne	pełne	niepełne
a) Oznaczenie zawartości kwasu adypinowego	+	+	+	+
b) Oznaczenie temperatury topnienia	+	+	+	+
c) Oznaczenie zawartości wody	+	+	+	+
d) Oznaczenie zawartości popiołu	+	+	+	+
e) Oznaczenie zawartości żelaza	+	+	+	+
f) Oznaczenie zawartości metali ciężkich	+	-	+	-
g) Oznaczenie zawartości azotu azotanowego	+	+	+	+
h) Oznaczenie barwy po ogrzaniu z glikolem propylenowym	+	+	+	+

Znak „+” oznacza badanie, które należy przeprowadzić,  
Znak „-” oznacza badanie, którego nie przeprowadza się.

Badania niepełne należy wykonać przy kontroli każdej partii produktu, natomiast badania pełne — co najmniej 1 raz na kwartał.

**5.2. Wielkość partii.** Partię produktu stanowi najwyżej 3000 kg kwasu adypinowego jednego gatunku, przeznaczanego dla jednego odbiorcy.

**5.3. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne ogólne PN-67/C-04500.

Z każdej partii przeznaczonej do wysyłki należy wybrać w sposób losowy, w zależności od liczebności partii, liczbę opakowań wg tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 60	12

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać dwie próbki próbkami, każda o masie co najmniej 200 g. Probki należy pobierać próbnikiem 16 wg PN-74/C-60008, w którym wewnętrzny element nie ma przegród. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 1000 g.

### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Wytyczne ogólne.** Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną.

Podane liczby mas odważek oraz dokładności ważenia należy interpretować zgodnie z PN-81/C-01055 p. 2.4.3 i 2.4.4, o ile w opisie nie podano inaczej.

**5.4.2. Oznaczenie zawartości kwasu adypinowego** ( $C_6H_{10}O_4$ )

#### 5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Fenoloftaleina, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany o  $c(NaOH) = 0,5$  mol/l, przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 22.

c) Woda destylowana wolna od  $CO_2$  wg PN-89/C-06500 p. 2.2.150.

**5.4.2.2. Wykonanie oznaczenia.** Do kolby stożkowej pojemności 300 ml odważyć około 1,5 g badanego kwasu adypinowego z dokładnością do 0,0002 g, dodać 100 ml wody, ogrzać do rozpuszczenia, dodać

30,0 ÷ 35,0 ml roztworu wodorotlenku sodowego, ostudzić do temperatury pokojowej, dodać 2 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować tym samym roztworem wodorotlenku sodowego do różowego zabarwienia.

Zawartość kwasu adypinowego ( $X$ ) obliczyć wg wzoru,  $\%(m/m)$

$$X = \frac{V \cdot 0,03654 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

$V$  — suma objętości dodanego i zużytego do miareczkowania roztworu wodorotlenku sodowego o  $c(NaOH) = 0,500$  mol/l, ml,

$m$  — masa odważki próbki, g,

0,03654 — masa kwasu adypinowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o  $c(NaOH) = 0,500$  mol/l, g/ml.

**5.4.2.3. Wynik końcowy oznaczenia.** Za wynik końcowy oznaczenia należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,2% wyniku niższego.

**5.4.3. Oznaczenie temperatury topnienia.** Oznaczenie należy wykonać wg PN-70/C-04956 w kapilarze zatopionej na obu końcach. Przed i po sproszkowaniu próbkę należy suszyć w ciągu 1 h w temperaturze 105°C.

**5.4.4. Oznaczenie zawartości wody.** W naczynku wagowym, wysuszonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g, odważyć z tą samą dokładnością około 5 g badanego kwasu adypinowego i ogrzać w suszarce w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość wody ( $X_1$ ) obliczyć wg wzoru,  $\%(m/m)$

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe.

$$X_1 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

$m$  — masa odważki próbki, g,

$m_1$  — masa próbki po wysuszeniu, g.

**Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego.

**5.4.5. Oznaczanie zawartości popiołu.** Odważyć 80,0 g badanego kwasu adypinowego z dokładnością 0,01 g. Do tygla porcelanowego pojemności 50 ml, wyprażonego do stałej masy i zważonego z dokładnością do 0,0002 g przenieść około połowy masy odważki i ogrzewać na elektrycznej płycie pod wyciągiem do ulotnienia się kwasu adypinowego, nie dopuszczając do zapalenia się próbki płomienia. Gdy ulotni się cały kwas adypinowy ostudzić tygiel, dodać resztę próbki i ogrzewać jak poprzednio, aż próbka przestanie dymić. Tygiel z zawartością wyprażyć do stałej masy w temperaturze 700°C ważąc z dokładnością do 0,0002 g.

Tygiel z popiołem (pozostałość A) zachować do oznaczania zawartości żelaza wg 5.4.6 oraz metali ciężkich wg 5.4.7.

Zawartość popiołu ( $X_2$ ) obliczyć wg wzoru, %( $m/m$ )

$$X_2 = \frac{m_2}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

$m_2$  — masa popiołu, g,

$m$  — masa odważki próbki, g.

**Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20% wyniku niższego.

#### 5.4.6. Oznaczanie zawartości żelaza ( $Fe^{3+}$ )

**5.4.6.1. Aparatura i przyrządy** — wg PN-81/C-04521/03 p. 3

**5.4.6.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-81/C-04521/03 p. 4c), e), f), g). Kwas solny, roztwór o  $c(HCl) = 0,1$  mol/l.

**5.4.6.3. Wykonanie oznaczania.** Do tygla z popiołem (pozostałość A) dodać 2 ml 25%( $m/m$ ) roztworu kwasu solnego i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej do rozpuszczenia się pozostałości, dodać 2-3 krople roztworu nadtlenku wodoru i odparować na łaźni do sucha. Do suchej pozostałości dodać 5 ml roztworu kwasu solnego o  $c(HCl) = 0,1$  mol/l, ogrzewać do rozpuszczenia się osadu, rozcieńczyć za pomocą około 10 ml gorącej wody i ostudzić. Roztwór przenieść ilościowo z tygla do kolby pomiarowej 100 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór  $A_1$ ).

Roztwór  $A_1$  należy zachować do oznaczania zawartości metali ciężkich wg 5.4.7.

Jeśli roztwór  $A_1$  nie jest klarowny należy go przesączyć przez ilościowy sącdek średniej gęstości do suchego naczynia, odrzucając pierwszą część przesączu.

Z klarownego roztworu  $A_1$  pobrać 10,0 ml, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Z tak dopełnionego roztworu pobrać 25,0 ml, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, dodać 1 ml kwasu solnego 25%( $m/m$ ), 5 ml roztworu tiocyjanianu amonowego i wymieszać. Równoległe przygotować próbkę porównawczą.

Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć 4,0 ml 1 roztworu wzorcowego roboczego (co odpowiada 0,04 mg Fe), rozcieńczyć wodą do około 10 ml i postępować dalej identycznie jak z badaną próbką, a po 2 min zmierzyć absorbancję roztworów wg PN-81/C-04521/03 p. 6a). Badany kwas adypinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli absorbancja roztworu badanego nie jest wyższa od absorbancji roztworu porównawczego.

#### 5.4.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich ( $Pb^{2+}$ )

**5.4.7.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-80/C-04515 p. 2.4.3.

**5.4.7.2. Wykonanie oznaczania.** Z klarownego roztworu  $A_1$  (lub z otrzymanego przesączu) pobrać 25,0 ml, przenieść do cylindra kolorymetrycznego i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.4, sposobem wg 2.4.4 z tą różnicą, że nie należy zubożniać badanej próbki przed dodaniem roztworu winianu potasowo-sodowego, a po dodaniu wszystkich odczynników roztwór badany oraz porównawczy dopełniać wodą do 30 ml i wymieszać.

Roztwór porównawczy powinien zawierać w 30 ml 0,04 mg  $Pb^{2+}$ .

#### 5.4.8. Oznaczanie zawartości azotu azotanowego (N)

##### 5.4.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Odczynnik ksylenolowy przygotowany w następujący sposób: odważyć 0,400 g 3-, 4-ksylenolu i rozpuścić w 20 ml kwasu octowego lodowatego.

b) Kwas siarkowy ( $d = 1,84$  g/ml), roztwór (2 + 1).

c) Wodorotlenek sodowy, roztwór 20%( $m/m$ ).

d) Azot azotanowy roztwór wzorcowy podstawowy, przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.14b); azotan sodowy, należy przed odważeniem wysuszyć w temperaturze 105°C. 1 ml tak przygotowanego roztworu podstawowego zawiera 1 mg azotu azotanowego (N)

e) Azot azotanowy (N) roztwór wzorcowy roboczy. Do kolby pomiarowej pojemności 500 ml odmierzyć 5,0 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg d), dopełnić wodą do kreski i wymieszać; 1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego roboczego zawiera 0,01 mg azotu azotanowego (N). Roztwór wzorcowy roboczy powinien być sporządzony bezpośrednio przed użyciem.

**5.4.8.2. Wykonanie oznaczania.** Do suchej niskiej zlewki pojemności 100 ml odważyć 1,000 g badanego kwasu adypinowego.

Do drugiej takiej samej zlewki odmierzyć 2,0 ml roztworu wzorcowego roboczego, odparować do sucha na łaźni wodnej, a następnie suszyć w suszarce w temperaturze 105°C do całkowitego zniknięcia kropli wody ze zlewki i ostudzić do temperatury pokojowej.

Do zlewek, z próbką i wzorcem, dodać po 0,20 ml odczynnika ksylenolowego oraz 2,0 ml roztworu kwasu siarkowego i dobrze wymieszać. Większe grudki rozgnieść suchym przecikiem szklanym. Zlewki z próbką

i z wzorcem pozostawić w temperaturze  $20 \pm 30^\circ\text{C}$  przez 30 min mieszając od czasu do czasu. Następnie dodać po 20 ml wody, 15 ml roztworu wodorotlenku sodowego, mieszać do całkowitego rozpuszczenia się kwasu adypinowego, ostudzić do temperatury pokojowej, przenieść do dwóch takich samych cylindrów kolorymetrycznych pojemności 50 ml, dopełnić wodą do kreski, wymieszać i porównać zabarwienie na białym tle patrząc z góry wzdłuż osi cylindrów.

Badany kwas adypinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego nie jest intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego.

#### 5.4.9. Oznaczanie barwy po ogrzaniu z glikolem propylenowym

**5.4.9.1. Aparatura i przyrządy** — wg PN-81/C-04534/01 p. 2.1.2 oraz płaskodenna kolba kulista pojemności 250 ml z chłodnicą zwrotną chłodzoną wodą, osadzoną w kolbie na szlifie. Długości strefy chłodzenia powinna wynosić około 25 cm.

**5.4.9.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-81/C-04534/01 p. 2.1.3 i p. 2.1.4.

Glikol 1,2-propylenowy, barwa glikolu propylenowego gotowanego przez 2 h pod chłodnicą zwrotną nie powinna przekraczać 10 jednostek skali Hazena wg PN-81/C-04534/01 p. 2.1.4.

**5.4.9.3. Wykonanie oznaczania.** Do suchej kolby odważyć 33,0 g badanego kwasu adypinowego oraz 33,0 g

glikolu propylenowego, a następnie gotować przez 2 h, utrzymując roztwór w słabym wrzeniu. Kolbę należy umieścić na siatce azbestowej o średnicy krążka co najmniej 15 cm i ogrzewać palnikiem gazowym. Palnik należy tak uregulować, aby kolba nie była ogrzana bezpośrednim płomieniem. Po 2 h badaną próbką napęlić cylinder kolorymetryczny do kreski, a gdy temperatura obniży się do około  $100^\circ\text{C}$ , wstawić do komparatora i postępować dalej wg PN-81/C-04534/01 p. 2.1.6.

W razie braku komparatora można barwę porównać bezpośrednio w cylindrach.

**5.4.9.4. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć wartość zgodną z zasadami PN-81/C-04534/01 p. 2.1.7.

**5.5. Interpretacja wyników.** Wartości liczbowe wymagań i wyniki końcowe oznaczeń należy porównać stosując metodę Z wg PN-70/N-02120.

**5.6. Ocena wyników badań.** Partię produktu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki kwasu adypinowego pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

**5.7. Zaświadczenie o wynikach badań.** Dla każdej partii produktu wytwórca zobowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie o zgodności partii z normą.

## K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA w Kędzierzynie-Koźlu; Zakłady Azotowe im. Pawła Findera w Chorzowie.

#### 2. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań  
PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich

PN-81/C-04521/03 Produkty chemiczne. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjania (rodanku amonowego)

PN-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)

PN-81/C-04534/01 Analiza chemiczna. Oznaczanie barwy produktów chemicznych za pomocą skali Hazena (skala platynowo-kobaltowa)

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

PN-89/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

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

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorimetrii i nefelometrii

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

PN-88/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytkowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane  $800 \times 1200$  — EUR

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

PN-89/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-82/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Główny wymiar

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

PN-81/O-79781 Opakowania jednostkowe z tworzyw sztucznych. Torby z folii polietylenowej zgrzewane

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe  
Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. PRL z 1984 r. nr 53, poz. 272)

Regulamin 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.)

Ustawa z dnia 1 lutego 1983 r. Prawo o ruchu drogowym (Dz. U. nr 6, poz. 272 i z 1989 r. nr 35, poz. 192)

#### 3. Normy zagraniczne

Bułgaria 12875 — 73 Киселина адипинова техническа

Japonia JIS K 4172 — 1972 Adipic Acid

NRD TGL 6964 1976 Grundchemikalien. Adipinsäure technisch

Rumunia STAS 10883 — 78 Acid adipic tehnic

ZSRR GOCT 10558 — 80 Кислота адипиновая

#### 4. Symbol wg SWW — 1241-525.

**5. Autorzy normy** — inż. J. Szaton, inż. Aleksandra Wartak-Iżycka — Zakłady Azotowe im. P. Findera w Chorzowie; mgr inż. Mirosława Głońska, mgr Małgorzata Biłska — Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA w Kędzierzynie-Koźlu.