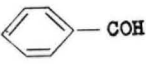


PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-71 6026-45
	Aldehyd benzoesowy	
	Grupa katalogowa X 21 ¹⁾	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest aldehyd benzoesowy, otrzymywany przez chlorowanie toluenu do chlorku benzylidenu i zmydlanie wodą otrzymanego chlorku benzylidenu, stosowany do produkcji syntetyków zapachowych i barwników.

Aldehyd benzoesowy ma:

- a) wzór sumaryczny - C_7H_6O
- b) wzór strukturalny 
- c) masę cząsteczkową - 106, 125.

1.2. Normy i dokumenty związane

- PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)
- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek
- PN-68/C-04952 Analiza chemiczna. Oznaczanie współczynnika załamania światła produktów organicznych
- PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych
- PN-64/C-97054 Produkty węglowodorne. Destylacja normalna metodą Kräumera-Spilkera
- PN-62/G-79090 Balony szklane. Wymagania i badania techniczne
- PN-62/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27, ust. 4, pkt. 4 Dekretu Kolei Państwowych)
- Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r.
- Przepisy bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U. nr 54, poz. 337 z dnia 27 grudnia 1965 r.)

¹⁾ Symbol wg SWW: 1242-143.

2. OZNACZENIE

ALDEHYD BENZOESOWY 1242-143 BN-71/6026-45

3. WYMAGANIA

Wymagania	
a) Wygląd, konsystencja	klarowna ruchliwa ciecz
b) Barwa	bezbarna
c) Zanieczyszczeń mechanicznych	brak
d) Gęstość w temperaturze 20°C, g/cm ³	1,044±1,048
e) Współczynnik załamania światła n _D ²⁰	1,5440±1,5470
f) Zakres temperatury wrzenia w jakim powinno przedestylować 95% obj. aldehydu benzoesowego °C	177±182
g) Aldehydu benzoesowego, %, nie mniej niż	98
h) Kwasu benzoesowego, %, nie więcej niż	1
i) Chloru (Cl), %, nie więcej niż	0,1
j) Nitrobenzenu	brak
k) Tożsamość	zgodna z 5.2.9

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Aldehyd benzoesowy należy pakować w balony szklane typu Bz pojemności nominalnej 60 dm³ wg PN-62/G-79090 lub w beczki aluminiowe pojemności 200 dm³. Balony szklane powinny być umieszczane w koszach z wikliny lub z bednarki. Balony powinny być zamknięte korkami z kory drzewa korkowego, obłożonymi papierem pergaminowym i zalanymi parafiną.

Przy napełnianiu naczyń należy zostawić wolną przestrzeń nad cieczą (około 5% pojemności opakowania) na zmianę objętości cieczy w zależności od temperatury. Przestrzeń nad cieczą w balonach i beczkach należy wypełnić dwutlenkiem węgla. Każde opakowanie powinno być zaplombowane plombą ołowianą lub aluminiową z odcisniętym na niej odpowiednim znakiem kontroli jakości.

Zakład Doświadczalny Chemii Gospodarczej Pollena
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej Pollena dnia 31 maja 1971 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1972 r.
(Mon. Pol. nr 44/1971 poz. 285)

4.2. Znakowanie opakowań powinno być zgodne z PN-67/0-79252 i zawierać co najmniej:

- nazwę i adres wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer partii,
- znak KJ,
- masę brutto, netto, tarę,
- datę produkcji,
- znak ostrzegawczy: ŁATWOPALNE,
- na balonach znaki manipulacyjne: OSTROŻNIE, KRUCHE, GÓRA, NIE PRZEWRACAĆ.

4.3. Przechowywanie. Aldehyd benzoesowy należy przechowywać w szczelnie zamkniętych balonach szklanych lub beczkach aluminiowych w suchych i ciemnych magazynach, sprawdzając okresowo szczelność opakowań. Temperatura przechowywania - nie wyższa niż 25°C.

4.4. Transport. Aldehyd benzoesowy opakowany wg 4.1 i oznakowany zgodnie z 4.2 należy transportować krytymi środkami transportowymi. Środek transportowy przed załadowaniem należy przygotować przez usunięcie gwoździ oraz zabezpieczenie śrub, haków i innych wystających części, które mogą spowodować uszkodzenia opakowań.

Przy przewozie aldehydu benzoesowego należy przestrzegać przepisów o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej, przepisów o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych oraz przepisów bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500. Próbkę pierwotną należy pobierać zgłębnikiem 1 lub 2 wg PN/C-60008. W zależności od liczności partii pobrać w sposób losowy na ślepo następującą liczbę opakowań do pobrania próbek pierwotnych.

Liczność partii sztuk	Liczność próbki sztuk
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	6
15 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14

Z każdego wylosowanego opakowania pobrać po dwie próbki pierwotne o objętości co najmniej 100 cm³ i zlać do suchego i czystego naczynia. Uzyskaną w ten sposób średnią próbkę laboratoryjną o objętości co najmniej 200 cm³ należy podzielić na dwie różne części.

Jedną z nich przeznaczyć do analiz bieżących, drugą przechowywać w archiwum przez okres trzech miesięcy z przeznaczeniem do analiz w przypadkach spornych. Na opakowaniach obydwu próbek należy umieścić co najmniej:

- nazwę i adres producenta,
- nazwę produktu,
- numer i wielkość partii,
- datę pobrania próbki.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Sprawdzanie barwy, konsystencji i zawartości zanieczyszczeń mechanicznych. 10 cm³ badanego aldehydu benzoesowego umieścić w probówce ze szkła bezbarwnego średnicy 15 mm i sprawdzić jego wygląd w świetle przechodzącym.

5.2.2. Oznaczanie gęstości należy wykonać piknometrem wg PN-66/C-04004.

5.2.3. Oznaczanie współczynnika załamania światła - wg PN-68/C-04952.

5.2.4. Oznaczanie zakresu temperatur wrzenia, w których powinno przedestylować co najmniej 95% obj. aldehydu benzoesowego. Destylację normalną wykonać zgodnie z wytycznymi podanymi w PN-64/C-97054 umieszczając dodatkowo w korku z termometrem kapilarną sięgającą do dna kolby destylacyjnej. Do kapilary doprowadzić dwutlenek węgla otrzymany w aparacie Kippa (z marmuru i technicznego kwasu solnego rozcieńczonego wodą w stosunku 1 : 1) przepuszczony kolejno przez płuczki z wodą i stężonym kwasem siarkowym.

Dopływ gazu do kolby regulować w ten sposób, aby w przeciągu 10 ÷ 15 sek wydobywał się z kapilary jeden pęcherzyk gazu.

5.2.5. Oznaczanie zawartości aldehydu benzoesowego

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy rektyfikowany, roztwór 60-procentowy.
- Błękit bromofenolowy, roztwór 1-procentowy: 1 g błękitu bromofenolowego rozpuścić w 100 cm³ 20-procentowego alkoholu etylowego.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 1n.
- Siarczan hydroksyloaminy cz.d.a. lub chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a., roztwory 2n.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1n.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczenia. Do kolby stożkowej pojemności 200 cm³ wlać 20 cm³ roztworu siarczanu lub chlorowodoru hydroksyloaminy i około 50 cm³ roztworu alkoholu etylowego. Do kolby z tak przygotowanymi odczynnikami odważyć z dokładnością do 0,001 1 ÷ 1,5 g badanego aldehydu benzoesowego i pozostawić na okres 30 min. Następnie należy przygotować próbkę porównawczą zawierającą tę samą ilość odczynników co próbka badana, dodać 3 krople błękitu bromofenolowego i miareczkować ją 1n roztworem wodorotlenku sodowego do momentu przejścia ciemnozielonego zabarwienia w odcień niebieski. Zabarwienie miareczkowanej próbki porównawczej przyjąć za wzorcowe dla próbki badanej. Po upływie 30 min próbkę z badanym aldehydem benzoesowym miareczkować analogicznie jak próbkę porównawczą.

Zawartość aldehydu benzoowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,10612 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V - objętość ściśle 1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próbki badanej, cm^3 ,
 V_1 - objętość ściśle 1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próbki porównawczej, cm^3 ,
 0,10612 - ilość aldehydu benzoowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 1n roztworu wodorotlenku sodowego, g,
 m - odważka badanej próbki, g.

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

5.2.6. Oznaczenie zawartości kwasu benzoowego

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy rektyfikowany, roztwór 50-procentowy.
 b) Fenoloftaleina - wskaźnik, 1-procentowy roztwór alkoholowy.
 c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczenia. Do kolby stożkowej pojemności 200 cm^3 odmierzyc 50 cm^3 roztworu alkoholu etylowego, odważyć do kolby z dokładnością do 0,001 g 2 ÷ 3 g badanego aldehydu benzoowego, dodać 1 kroplę fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do bladoróżowego zabarwienia. Równoległe z badaną próbką aldehydu benzoowego przygotować próbkę zawierającą te same ilości odczynników.

Zawartość kwasu benzoowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0122 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V - objętość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm^3 ,
 V_1 - objętość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próbki porównawczej, cm^3 ,
 0,0122 - ilość kwasu benzoowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,2n roztworu wodorotlenku sodowego, g,
 m - odważka badanej próbki, g.

5.2.7. Oznaczenie zawartości chloru (Cl)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy bezwodny.
 b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

d) Sód metaliczny cz.d.a.

e) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

f) Wzorcowy roztwór chlorków przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.13, rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczenia. W naczyniu wagowym odważyć z dokładnością do 0,001 g 1 g badanego aldehydu benzoowego. Zważony aldehyd spłukać ilościowo do kolby kulistej pojemności 100 cm^3 30 ÷ 40 cm^3 bezwodnego alkoholu etylowego. Kolbę połączyć z 3-kulową chłodnicą zwrotną. Przez otwór chłodnicy wprowadzać małymi kawałkami (około 0,2 g) sód metaliczny w ilości około 2 g. Sód po wyjęciu z nafty należy osuszyć bibułą do sączenia, a utlenione części powierzchni odciąć. Po ustaniu burzliwej reakcji ogrzewać kolbę ostrożnie małymi płomieniami palnika przez 30 min. Po oziębieniu do temperatury pokojowej dodawać stopniowo, cały czas mieszając, 30 ÷ 40 cm^3 wody, przelać zawartość kolby do parownicy porcelanowej i zakwasić roztworem kwasu azotowego do słabo kwaśnej reakcji wobec papierka lakmusowego. Następnie dodać 2 ÷ 3 krople roztworu wodorotlenku sodowego i odparować lekko alkaliczny roztwór na łaźni wodnej do około $\frac{1}{3}$ objętości pierwotnej.

Roztwór oziębic i przesączyc przez sączek przemity trzykrotnie gorącą wodą. Przesącz zbierać do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 . Sączek przemyc wodą, po czym przesącz uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Do cylindra Nesslera pojemności 50 cm^3 wlać 10 cm^3 roztworu analizowanego, 3 cm^3 roztworu kwasu azotowego oraz 2 cm^3 roztworu azotanu srebra. Całość uzupełnić wodą destylowaną do 50 cm^3 , zatkać korkiem i wymieszać.

Równoległe z próbką badaną przygotować próbkę wzorcową zawierającą 10 cm^3 roztworu wzorcowego i te same ilości odczynników. Zawartość chloru odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 10 min jest intensywniejsze niż zmętnienie roztworu wzorcowego.

5.2.8. Oznaczenie zawartości nitrobenzenu

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy rektyfikowany.
 b) Cynk metaliczny cz.d.a.
 c) Dwuchromian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
 d) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczenia. 1 cm^3 badanego aldehydu benzoowego rozpuścić w 20 cm^3 alkoholu etylowego, a następnie dodawać wody aż do ukazania się nieznacznego zmętnienia. Do roztworu dodać około 2 g metalicznego cynku i dodawać porcjami roztworu kwasu siarkowego dotąd, dopóki nie przestanie wydzielać się wodór (około 1 godz).

Roztwór przesączyć, uzupełnić wodą do objętości 20 cm³ i gotować 10 cm³ tego roztworu z 10 kroplami roztworu dwuchromianu potasowego.

Zawartość nitrobenzenu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli nie powstanie fioletowe zabarwienie roztworu.

5.2.9. Oznaczanie tożsamości

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory. Amoniakalny roztwór tlenku srebra: rozpuścić 5 g azotanu srebra cz.d.a. w 50 cm³ wody destylowanej, a następnie

dodawać kroplami wodę amoniakalną cz.d.a., tak długo, aż powstały początkowo brunatny osad rozpuści się w nadmiarze amoniaku tworząc klarowny roztwór.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. Do próbki wlać 0,5 cm³ badanego aldehydu benzoowego, dodać amoniakalnego roztworu tlenku srebra, po czym nie wstrząsać zawartości próbki, lecz powoli obracać nad płomieniem palnika. Zredukowane srebro powinno osadzić się na ściankach próbki w postaci lustra.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6026-45

Norma zgodna z Indekssem Giwoudana (The Giwoudan Index).