

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-71
	Środki pomocnicze do tworzyw sztucznych	6065-09
	Heksanox	Grupa katalogowa 1095 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest zawiesina wodoronadtlenku cykloheksanonu we ftalanie dwubutyłowym (w stosunku 1:1), stabilizowana polimerem PCW (1 ÷ 2%), o nazwie handlowej Heksanox.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Heksanox stosowany jest jako inicjator w procesie utwardzania nie-nasyconych żywic poliestrowych łącznie z przyspieszaczami, takimi jak np. naftenian kobaltowy.

1.3. Normy i dokumenty związane

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

PN-83/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

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

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością.

Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN), Polskie Koleje Państwowe, Warszawa, 1968 r. Nakład Ministerstwa Komunikacji

Przepisy bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U. PRL Nr 54 poz. 337 z dnia 27 grudnia 1965 r.).

2. OZNACZENIE

HEKSANOX BN-71/6065-09

SWW 1282-82

¹⁾ Symbol wg SWW: 1282-82.

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Heksanox powinien mieć postać białej lub białoszarej pasty o charakterystycznym ostrym zapachu. Heksanox jest substancją łatwopalną. Po pewnym okresie przechowywania Heksanox może ulec częściowemu rozwarstwieniu. Po wymieszaniu powinien wrócić do postaci jednorodnej pasty nie tracąc swoich właściwości.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	
a) Tlenu aktywnego, %	6,5 ± 0,5
b) Wody, %, nie więcej niż	2,5
c) Wody utlenionej z termicznego rozkładu Heksanoxu, %, nie więcej niż	6,5
d) pH	5 ÷ 7

3.3. Trwałość. Heksanox przechowywany zgodnie z 4.2 powinien odpowiadać wymaganiom wymienionym w 3.1 i 3.2 przez 6 miesięcy od daty produkcji.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT4.1. Pakowanie. Heksanox należy pakować w:

a) opakowania transportowe aluminiowe, jak np. bańki i konwie pojemności 25 ÷ 50 l, zaopatrzone w otwór 1 mm w pokrywie, o wymiarach zgodnych z PN-78/O-79021,

b) opakowania transportowe polietylenowe pojemności 10 ÷ 115 l, o wymiarach zgodnych z PN-78/O-79021.

Za wynik przyjąć średnią z wyników dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5%.

Centralny Związek Spółdzielczości Pracy
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw Sztucznych „Erg” dnia 15 września 1971 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1972 r.
(Mon. Pol. nr 19/1972 poz. 117)

Heksanox o masie do 1 kg należy pakować w opakowania z ciemnego szkła lub polietylenu, zbiorczo opakowane w kontenery kolejowe mieszczące po 500 lub 1000 kg.

Znakowanie opakowań powinno być wykonane zgodnie z PN-85/O-79252.

Etykieta powinna zawierać:

- a) nazwę lub znak wytwórcy,
- b) oznaczenie wg 2,
- c) numer partii,
- d) datę produkcji,
- e) masę netto, brutto i tarę,
- f) znak KJ,
- g) okres gwarancji.

Na opakowaniach powinien być umieszczony znak niebezpieczeństwa wg PN-85/O-79252.

4.2. Przechowywanie. Heksanox należy przechowywać w wydzielonych, chłodnych, ciemnych pomieszczeniach o maksymalnej temperaturze 18°C, w opakowaniach zgodnych z 4.1.

Niedopuszczalne jest składowanie w tych pomieszczeniach innych substancji.

4.3. Transport. Heksanox należy transportować zgodnie z przepisami o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Klasa VII) lub przepisami bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U. PRL Nr 54, poz. 337 z dnia 27 grudnia 1965 r.) Klasa VII.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości tlenu aktywnego (3.2 a),
- b) oznaczanie zawartości wody (3.2 b),
- c) oznaczanie ilości wody utlenionej z termicznego rozkładu Heksanoxu (3.2 c),
- d) oznaczanie pH (3.2 d).

5.2. Wielkość partii. Partię Heksanoxu stanowi powyżej 1000 kg produktu.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać zgodnie z PN-67/C-04500 stosując zgłębniki nr 3 wg PN-74/C-60008. Przed pobraniem próbki zawartość opakowań należy starannie wymieszać. W zależności od ilości opakowań w partii Heksanoxu należy wybrać losowo wymienioną w tabl. 2 liczbę opakowań do pobrania próbek pierwotnych.

Należy tak pobrać próbki pierwotne, aby objętość ogólnej próbki była nie mniejsza niż 500 ml. Objętość średniej próbki laboratoryjnej nie powinna być mniejsza niż 100 ml.

W przypadku opakowań o masie do 1 kg jako próbkę pierwotną należy przyjąć całe opakowanie.

Próbki przeznaczone do analizy rozjemczej należy przechowywać przez okres gwarancji.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości tlenu aktywnego

Tablica 2

Liczba opakowań w partii produktu	Liczba opakowań do pobrania próbek
do 3	z każdego
4 ÷ 5	3
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
161 ÷ 250	10
251 ÷ 400	10
401 ÷ 1000	10

5.4.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- b) Jodek potasu cz.d.a.
- c) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.
- d) Skrobia cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

5.4.1.2. Wykonanie oznaczania 0,2 g starannie wymieszanego Heksanoxu, odważonego z dokładnością do 0,002 g, rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml w 20 ml kwasu octowego lodowatego, wrzucić 2 g sproszkowanego jodku potasu. Założyć chłodnicę zwrotną, ogrzać zawartość kolby i utrzymać w stanie wrzenia przez 20 min. Następnie chłodnicę i ścianki kolby spłukać 25 ml wody destylowanej i odmiareczkować wydzielony jod w tej samej kolbie 0,1N roztworem tiosiarczanu sodowego. Pod koniec miareczkowania dodać 1 ml roztworu skrobi jako wskaźnika.

Za koniec miareczkowania uznać moment całkowitego odbarwienia roztworu.

W identycznych warunkach należy przeprowadzić ślepą próbę z samymi odczynnikami, bez dodawania Heksanoxu.

Zawartość tlenu aktywnego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,0008 (V_1 - V) 100}{m} = \frac{0,08 (V_1 - V)}{m} \quad (1)$$

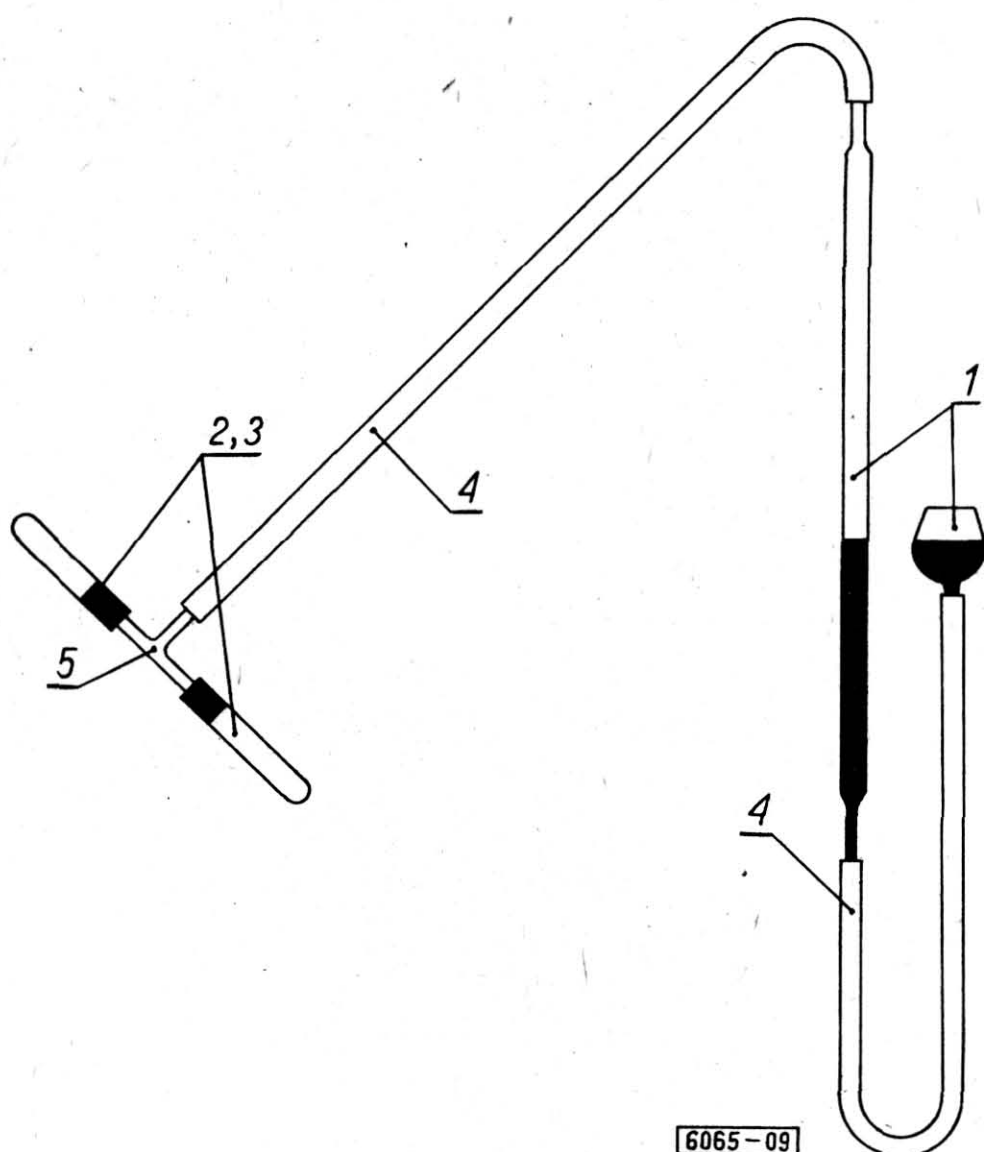
w którym:

- V_1 - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do zmiareczkowania próbki badanej, ml,
- V - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do zmiareczkowania ślepej próby, ml,
- m - odważka badanego Heksanoxu, g,
- 0,0008 - ilość tlenu aktywnego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

5.4.2. Oznaczanie zawartości wody

5.4.2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie zawartości wody w Heksanoxie wykonuje się zmodyfikowaną metodą W. Jakowenki.

5.4.2.2. Aparatura



Przyrząd do oznaczania zawartości wody: 1 - biureta gazowa Lungego ze zbiornikiem wyrównawczym pojemności 50 ml, 2 - dwie probówki, 3 - dwa korki gumowe, 4 - dwa węże polietylenowe lub gumowe próżniowe, 5 - trójnik szklany

5.4.2.3. Odczynniki

- Węglík wapnia techniczny (karbid).
- Alkohol etylowy rektyfikowany (95,75%).

5.4.2.4. Wykonanie oznaczania. W normalnych warunkach (0°C i 760 mm Hg) 1 ml acetyleny wydzielony zostaje w wyniku reakcji węglika wapnia z 0,001607 g wody. W warunkach prowadzenia pomiaru ilość wydzielonego acetyleny różni się od wielkości empirycznej, gdyż węglík wapnia techniczny (karbid) zawiera zanieczyszczenia i produkty rozkładu.

W celu określenia ilości wydzielonego acetyleny z określonej ilości wody należy wykonać ślepą próbę. Karbid rozdrobnić, a następnie utrzyć w moździerzu do uzyskania proszku, który przechowywać w szczelnie zamkniętym słoiku.

W probówkach przyrządu pomiarowego odważyć 1 g sproszkowanego karbidu oraz 1 g alkoholu rektyfikowanego z dokładnością do 0,002 g.

Probówki z odważkami nałożyć na korki trójnika zwracając uwagę, aby nie nastąpiło przedwczesne wymieszanie

zawartości probówek. Po sprawdzeniu szczelności aparatury (oraz wyzerowaniu biurety) probówkę z alkoholem ustawić lekko odchyloną od pionu i równocześnie całą zawartość karbidu przesypać przez szklany trójnik do probówek z alkoholem.

W miarę przyrostu objętości wydzielonego acetyleny zbiornik wyrównawczy biurety należy stopniowo obniżać. Probówkę z mieszaniną reagującą należy chłodzić na łaźni wodnej o temperaturze $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$. Po około 10 min wyrównać poziomy rtęci w biurecie i zbiorniku wyrównawczym oraz dokonać odczytu objętości wydzielonego acetyleny.

Równoważnik acetylenowy karbidu (R) określający ilość wody odpowiadającej 1 ml wydzielonego acetyleny obliczyć wg wzoru

$$R = \frac{m_1 \cdot 0,0443}{V_2} \quad (2)$$

w którym:

m_1 - odważka alkoholu etylowego, g,

V_2 - objętość wydzielonego acetyleny, ml,

0,0443 - ilość wody zawarta w 1 g alkoholu etylowego rektyfikowanego, g.

Ślepą próbę należy wykonać przed każdym pomiarem wody w heksanoxie.

Pomiar właściwy wykonać analogicznie z tą różnicą, że do alkoholu etylowego należy dodać 0,2 g starannie wymieszanego Heksanoxu, odważonego z dokładnością do 0,002 g. Nierozpuszczalny w alkoholu stabilizator nie przeszkadza w oznaczaniu.

Zawartość wody w Heksanoxie (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_3 \cdot R - m_2 \cdot 0,00443) \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

V_3 - objętość wydzielonego acetyleny, ml,

m_2 - odważka alkoholu etylowego, g,

m_3 - odważka badanego Heksanoxu, g,

R - równoważnik acetylenowy karbidu.

Pomiary wykonać przy stałej temperaturze i ciśnieniu.

Za wynik należy przyjąć średnią z dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5%.

5.4.3. Oznaczanie ilości wody utlenionej z termicznego rozkładu Heksanoxu. Oznaczanie wykonać należy zgodnie z PN-83/C-04523. Ilość wody utlenionej z termicznego rozkładu Heksanoxu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_4 \cdot 1,1 \cdot 100}{m_4} = \frac{V_4 \cdot 110}{m_4} \quad (4)$$

w którym:

V_4 - ilość wody utlenionej z termicznego rozkładu badanego Heksanoxu, ml,

m_4 - odważka badanego Heksanoxu, g,

1,1 - gęstość wody utlenionej z termicznego rozkładu Heksanoxu (25%), g/ml.

5.4.4. Oznaczanie pH. Około 2 g Heksanoxu należy wytrząsnąć z 10 ml wody destylowanej, odsączyć zawiesinę na bibule do sączenia i zbadać pH przesącza wodnego za pomocą pehametru.

5.5. Ocena wyników badań. Partię Heksanoxu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki wszystkich badań są dodatnie.

Jeżeli wyniki któregoś z badań są ujemne, należy je powtórzyć pobierając podwójną liczbę próbek.

Jeżeli powtórne badania dadzą wyniki ujemne, partię należy odrzucić.

5.6. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Dla każdej partii Heksanoxu powinno być wystawione świadectwo zgodności z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

Wydanie 2 - stan aktualny: marzec 1985 - uaktualniono normy związane.