

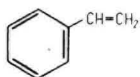
PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-75
	Styren techniczny	6022-01
		Zamiast BN-66/6022-01
		Grupa katalogowa 1021

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest styren techniczny stabilizowany i niestabilizowany otrzymywany z etylobenzenu przez katalityczne odwodornienie i wydzielenie z produktów reakcji. Styren jest produktem łatwo palnym i jest zaliczany do środków szkodliwych.

Styren ma:

a) wzór sumaryczny - C_8H_8 .



b) wzór budowy

c) masę cząsteczkową - 104,14 (1961).

d) nazwę systematyczną - fenyloeten,

e) inną nazwę - winylobenzen.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Styren techniczny jest stosowany do produkcji polistyrenów, kopolimerów styrenowych, nienasyconych żywic poliestrowych, syntetycznych kauczków butadieno-styrenowych, żywic styrenowych i do innych celów.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od stopnia czystości i przeznaczenia rozróżnia się dwa rodzaje styrenu technicznego oznaczone symbolami:

O - oczyszczony (specjalny),

T - normalny (ogólnego zastosowania).

2.2. Odmiany. W rodzaju O i T rozróżnia się dwie odmiany styrenu technicznego oznaczone symbolami:

N - niestabilizowany,

S - stabilizowany.

2.3. Przykład oznaczenia styrenu technicznego rodzaju T niestabilizowanego:

STYREN TECHNICZNY T N BN-75/6022-01

3. WYMAGANIA

Wymagania podano w tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje	
	O	T
a) Barwa, stopnie w skali Pt-Co, nie więcej niż	10	10
b) Styrenu, %, nie mniej niż	99,7	99,5
c) Aldehydów w przeliczeniu na aldehyd benzoowy (C_6H_5CHO), %, nie więcej niż	0,0075	0,015
d) Nadtlenków w przeliczeniu na H_2O_2 , %, nie więcej niż	0,002	0,004
e) Polimerów ¹⁾ :		
- w styrenie niestabilizowanym, %, nie więcej niż	0,0005	0,0025
- w styrenie stabilizowanym, %, nie więcej niż	0,0005	0,0005
f) Stabilizatora		
- w styrenie niestabilizowanym, stabilizatora, TBC (p-III-rzędowa butylopirokatechyna), %, najwyżej	0,0005	0,0005
- w styrenie stabilizowanym stabilizatora TBC (p-III-rzędowa butylopirokatechyna), %, najwyżej	0,001÷0,002	0,001÷0,002
- w styrenie stabilizowanym hydrochinonem ²⁾ , %	0,0015÷0,005	0,0015÷0,005
¹⁾ W przypadku przekroczenia temperatury otoczenia powyżej 20°C wymaganie na zawartość polimerów w styrenie niestabilizowanym będzie dotrzymane tylko u producenta w czasie kontroli produktu zwalnianego do obrotu towarowego. ²⁾ Styren stabilizowany hydrochinonem dostarcza się tylko Zakładom Tworzyw Sztucznych ERG w Pustkowie. Styren stabilizowany hydrochinonem zawiera 0,0005% stabilizatora TBC. W styrenie tym nie kontroluje się zawartości stabilizatora TBC.		

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
 Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA dnia 16 października 1975 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1976 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 26/1975, poz. 96)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Styren techniczny należy dostarczać w suchych cysternach lub autocysternach aluminiowych, emaliowanych lub ze stali kwasoodpornej, lub w bębnach wg BN-87/5046-01, lub BN-87/5046-03 typu 1, rodzaju 5, pojemności 100 lub 200 l.

Dopuszcza się stosowanie cystern ze stali zwyczajnej.

Dopuszcza się również stosowanie innych opakowań, uzgodnionych między producentem i odbiorcą, jeżeli zabezpieczą produkt co najmniej w takim stopniu jak wyżej wymienione i mają wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

Opakowania napieniać do 94% ich pojemności.

Na każdym bębnie należy umieścić oznakowanie wykonane zgodnie z PN-85/O-79252 zawierające co najmniej:

- a) nazwę lub znak zakładu produkującego,
- b) oznaczenie wg 2.3,
- c) masę brutto i netto,
- d) oznakowanie partii (numer partii i kolejny numer opakowania w partii),
- e) znak niebezpieczeństwa dla materiałów ciekłych zapalnych wg obowiązujących przepisów dla transportu materiałów niebezpiecznych¹⁾,
- f) datę napełniania opakowania,

Na cysternach i autocysternach należy umieścić oznaczenie wg a) i e) oraz

- g) nazwę produktu
- h) oznaczenie cyfrowe: $\frac{39}{2055}$

Znakowanie opakowań ze styrenem przeznaczonym na eksport należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

4.2. Przechowywanie. Styren techniczny należy przechowywać w zamkniętych zbiornikach aluminiowych, emaliowanych, ze stali kwasoodpornych lub bębnach wg 4.1. Dopuszcza się przechowywanie w zbiornikach ze stali zwyczajnej.

Styren niestabilizowany należy przechowywać w temperaturze poniżej 20°C nie dłużej niż 10 dni od daty napełnienia opakowania.

Styren stabilizowany należy przechowywać w temperaturze poniżej 25°C:

- a) w bębnach wg 4.1 i zbiornikach ze zwyczajnej stali nie dłużej niż 30 dni,
- b) w zbiornikach aluminiowych, emaliowanych lub ze stali kwasoodpornej nie dłużej niż 60 dni.

4.3. Transport. Styren techniczny zalicza się do klasy niebezpieczeństwa 3 i ma wg RID l.m. 301 p. 31c), a wg ADR l.m. 2301 p. 3.

Styren techniczny należy przewozić zgodnie z obowiąz-

ującymi przepisami dla transportu kolejowego i drogowego materiałów niebezpiecznych²⁾.

Należy zwracać opakowania całkowicie opróżnione i szczelnie zamknięte.

5. BADANIA

5.1. Program badań. Na każdej partii produktu należy wykonać następujące badania:

- a) oznaczanie barwy (tabl. 1 poz. a),
- b) oznaczanie zawartości styrenu (tabl. 1 poz. b),
- c) oznaczanie zawartości aldehydów w przeliczeniu na aldehyd benzoowy (C_6H_5CHO) (tabl. 1 poz. c),
- d) oznaczanie zawartości nadtlenu w przeliczeniu na H_2O_2 (tabl. 1 poz. d),
- e) oznaczanie zawartości polimerów (tabl. 1 poz. e),
- f) oznaczanie zawartości stabilizatora TBC (p-III-rzędowa butylopirokatechina (tabl. 1 poz. f),
- g) oznaczanie zawartości stabilizatora hydrochinonu (tabl. 1 poz. f).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi zawartość jednej cysterny lub autocysterny, lub zawartość powyżej 100 bębnow.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy osować wytyczne wg PN-67/C-04500. Próbki do badań należy pobierać z każdej cysterny.

W przypadku partii produktu w bębnach w zależności od jej liczności należy wybrać w sposób losowy przypadkowy do pobierania próbek liczbę bębnow podaną w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wylosowanych
5	3
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9

Próbki pierwotne należy pobierać próbnikiem 1 i 2 wg PN-74/C-60008 wzdłuż całej wysokości słupa cieczy w ilości co najmniej 200 cm³.

Próbki pierwotne z cystern i bębnow należy pobierać tylokrotnie, aż próbka ogólna będzie nie mniejsza niż 2000 cm³.

Próbki pierwotne należy zmieszać i z tak otrzymanej próbki ogólnej należy wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o objętości 1500 cm³.

Średnią próbkę laboratoryjną należy wymieszać i podzielić na dwie części z których jedną przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

²⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Próbkę przeznaczoną do analizy rozjemczej należy przechowywać w butelce ze szkła oranżowego:

- w ciągu 60 dni - styren stabilizowany,
- w ciągu 10 dni - styren niestabilizowany.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie barwy. Barwę próbki badanego styrenu należy oznaczyć wg PN-81/C-0/534/01 metodą wizualną.

5.4.2. Oznaczanie zawartości styrenu metodą chromatografii gazowej

5.4.2.1. Zasada oznaczania. Zawartość styrenu oznacza się przez odjęcie od 100, procentowej zawartości sumy zanieczyszczeń, oznaczonych metodą chromatografii gazowej.

5.4.2.2. Aparatura i przyrządy

- Chromatograf gazowy z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym,
- Kolumna chromatograficzna o długości 3 m i średnicy wewnętrznej 4 mm, wykonana ze stali nierdzewnej.
- Mikrostrzykawka o działce elementarnej $0,0002 \text{ cm}^3$ ($0,2 \mu\text{l}$).

5.4.2.3. Odczynniki

- Chloroform cz.d.a.
- Chromosorb o granulacji $0,2 \div 0,3 \text{ mm}$ ($60 \div 80 \text{ mesh}$) do chromatografii.
- Glikol polietylenowy 1500 lub 400 (Carbowax 1500 lub 400) do chromatografii.
- Azot sprężony wg PN-71/C-84912 gatunek I.
- Powietrze sprężone wg PN-74/C-84913.
- Toluen wzorzec do chromatografii. Dopuszcza się stosowanie toluenu cz.d.a.
- Wodór sprężony gatunek I wg PN-61/C-84908.

5.4.2.4. Przygotowanie wypełnienia. Chromosorb W o granulacji $0,2 \div 0,3 \text{ mm}$ wysuszyć w temperaturze 150°C i odważyć 40 g. 10 g glikolu polietylenowego rozpuścić w 40 cm^3 chloroformu i załać uprzednio odważonym chromosorb W. Chloroform odparować na łaźni wodnej ciagle mieszając, a następnie wysuszyć do całkowitego usunięcia rozpuszczalnika.

Tak przygotowanym wypełnieniem napelnić kolumnę chromatograficzną. W zależności od zastosowanej fazy ciekłej, należy napelnioną kolumnę kondycjonować w termostacie w temperaturze:

dla glikolu polietylenowego 1500 $\div 140^\circ\text{C}$,

dla glikolu polietylenowego 400 $\div 120^\circ\text{C}$

w ciągu 24 h, przy niewielkim przepływie gazu nośnego (azotu) przez kolumnę.

5.4.2.5. Warunki oznaczania. Przygotować chromato-

graf zgodnie z instrukcją obsługi aparatu. Oznaczanie prowadzić w następujących warunkach:

a) Natężenie przepływu gazów:

	dla glikolu polietylenowego 1500	dla glikolu polietylenowego 400
- azotu (gazu nośnego)	$50 \text{ cm}^3/\text{min}$	$35 \div 45 \text{ cm}^3/\text{min}$
- wodoru	$50 \text{ cm}^3/\text{min}$	$40 \text{ cm}^3/\text{min}$
- powietrza	$500 \text{ cm}^3/\text{min}$	$400 \text{ cm}^3/\text{min}$

b) Temperatura

	dla glikolu polietylenowego 1500	dla glikolu polietylenowego 400
- kolumny	120°C	110°C
- detektora	140°C	140°C
- odparownika	150°C	160°C

c) Szybkość przesuwu taśmy rejestratora - 600 mm/h .

d) Ilość dozowanej próbki - $0,001 \text{ cm}^3$ ($1 \mu\text{l}$).

5.4.2.6. Niezredukowane względne czasy w stosunku do wzorca - w zależności od zastosowanej fazy ciekłej wynoszą:

dla glikolu polietylenowego 1500

- niezidentyfikowany - 0,80
- toluen (wzorzec) - 1,00
- etylobenzen - 1,42
- o-m-, p-ksylen - 1,44
- n-propylobenzen - 1,73
- niezidentyfikowany - 1,79
- kumen - 2,03
- niezidentyfikowany - 2,38
- α -metylostyren - 3,56
- niezidentyfikowany - 3,77

dla glikolu polietylenowego 400

- benzen - 0,70
- toluen - 1,00
- etylobenzen + p-ksylen - 1,41
- m-ksylen - 1,47
- kumen - 1,69
- o,ksylen - 1,82
- n-propylobenzen - 1,96
- niezidentyfikowany - 2,13
- α -metylostyren - 3,42
- niezidentyfikowany - 4,01

5.4.2.7. Wykonanie oznaczania. Do kolbki z doszlifowanym korkiem pojemności 100 cm^3 odważyć 100 g badanego styrenu z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$, następnie dodać $0,1 \text{ g}$ toluenu (wzorzec wewnętrzny) odważonego z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$. Zawartość kolby dokładnie wymieszać. Za pomocą mikrostrzykawki pobrać $0,001 \text{ cm}^3$ ($1 \mu\text{l}$) przygotowanego roztworu, wprowadzić do kolumny chromatograficznej i wykonać chromatogram.

Na podstawie otrzymanego chromatogramu obliczyć zawartość styrenu (X_1) w procentach wg wzoru

$$X_1 = 100 - \sum X_2 \quad (1)$$

w którym: $\sum X_2$ - sumaryczna zawartość zanieczyszczeń, %.

Zawartość poszczególnych zanieczyszczeń (X_2) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_w \cdot S \cdot f_x}{m_p \cdot S_w} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- m_w - masa wzorca wewnętrznego, g,
- S - powierzchnia skorygowana piku zanieczyszczenia, mm²,
- f_x - współczynnik korekcyjny zanieczyszczenia,
- m_p - masa próbki badanego styrenu, g,
- S_w - powierzchnia skorygowana piku wzorca wewnętrznego, mm².

5.4.2.8. Wyznaczanie współczynników korekcyjnych.

Współczynniki korekcyjne należy wyznaczyć eksperymentalnie dla każdego składnika, sporządzając mieszaniny kalibracyjne.

Współczynniki korekcyjne (f_x) należy obliczyć wg wzoru

$$f_x = \frac{S_w \cdot m_x}{S_x \cdot m_w} \quad (3)$$

w którym:

- S_w - powierzchnia piku toluenu (wzorec wewnętrzny), mm²,
- m_x - masa składnika, g,
- S_x - powierzchnia piku składnika X , mm²,
- m_w - masa wzorca, g.

Wartości współczynników korekcyjnych f_x dla składników niezidentyfikowanych, należy przyjąć jak dla składników zidentyfikowanych, usytuowanych na chromatogramie w bezpośrednim sąsiedztwie.

Współczynniki korekcyjne należy wyznaczyć przy każdej zmianie detektora lub wypełnienia kolumny.

5.4.2.9. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, których sumaryczna zawartość zanieczyszczeń nie różni się między sobą więcej niż 20% w stosunku do niższej zawartości tych zanieczyszczeń.

5.4.3. Oznaczanie zawartości aldehydów w przeliczeniu na aldehyd benzoowy (C_6H_5CHO).

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Błękit tymolowy, w roztworze alkoholowym wg PN-81/C-06501 p. 2.2.5.

b) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a., roztwór: 20 g chlorowodoru hydroksyloaminy rozpuścić w 1000 cm³

metanolu i zobojętnić 0,05 N roztworem wodorotlenku sodowego wobec błękitu tymolowego do zmiany barwy na pomarańczową.

c) Kwas solny cz.d.a. - roztwór 0,05 N.

d) Metanol cz.d.a.

e) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,05 N.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 300 cm³ odmierzyć pipetą 25 cm³ metanolu, 25 cm³ badanego styrenu, 0,2 cm³ błękitu tymolowego i w razie potrzeby zobojętnić roztwór wodorotlenkiem sodowym lub kwasem solnym do pomarańczowego zabarwienia. Następnie dodać 25 cm³ zobojętnionego roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy i odstawić.

Od czasu do czasu wstrząsać kolbą. Po upływie 1 h miareczkować roztwór w kolbie roztworem wodorotlenku sodowego do uzyskania pomarańczowego zabarwienia. Po upływie następnej godziny ponownie miareczkować.

Równolegle należy wykonać kontrolną próbkę z odczynnikami użytymi do oznaczania.

Zawartość aldehydów w przeliczeniu na aldehyd benzoowy (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0053 \cdot 100}{25 \cdot \rho_4^{20}} \quad (4)$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,05 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego w obu miareczkowaniach badanej próbki, cm³,

V_1 - objętość ściśle 0,05 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego na zmiareczkowanie próby kontrolnej, cm³,

0,0053 - ilość aldehydu benzoowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05 N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

ρ_4^{20} - gęstość styrenu przyjmuje się za równą 0,906 g/cm³.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 10% wyniku średniego.

5.4.4. Oznaczanie zawartości nadtlenu w przeliczeniu na H_2O_2 .

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

b) Kwas solny cz.d.a. (1,18).

c) Metanol cz.d.a.

d) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 2 N.

e) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

f) Trójchlorek tytanu ($TiCl_3$) cz.d.a., roztwór 0,02 N.

g) Wzorcowy roztwór żelaza Fe^{3+} . Do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³ wlać 300 ÷ 400 cm³ wody i roz-

puścić 35,11 g siarczanu żelazawo-amonowego cz.d.a. $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, a następnie dodać 25 cm³ stężonego kwasu siarkowego i tyle roztworu nadmanganianu potasowego, aby całkowicie utlenić żelazo dwuwartościowe co uzewnętrznia się uzyskaniem lekko różowego zabarwienia. Zawartość kolby uzupełnić do kreski wodą. 1 cm³ roztworu zawiera 0,005 g jonu Fe^{3+} .

5.4.4.2. Oznaczanie miana roztworu trójdychlorku tytanu. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ odmierzyć 50 cm³ wody destylowanej, 15 cm³ kwasu solnego, 10 cm³ roztworu rodanku amonowego i 10 cm³ wzorcowego roztworu żelaza. Tak przygotowany roztwór miareczkować trójdychlorkiem tytanu w atmosferze gazu obojętnego do zaniku różowego zabarwienia (biuretę wprowadzić głęboko do kolby).

Miano 0,02 N roztworu trójdychlorku tytanu (N) w przeliczeniu na nadtlenek wodoru (H_2O_2) obliczyć wg wzoru

$$N = \frac{0,05 \cdot 17,008}{V \cdot 55,85} \quad (5)$$

0,05 - ilość gramów jonu Fe^{3+} zawarta w badanym wzorcowym roztworze żelaza, g,

17,008 - połowa masy cząsteczkowej nadtlenku wodoru,

V - objętość roztworu trójdychlorku tytanu potrzebna do miareczkowania 0,05 g jonu żelazowego zawartego w 10 cm³ wzorcowego roztworu żelaza, cm³,

55,85 - masa atomowa żelaza.

5.4.4.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ odmierzyć 100 cm³ metanolu, 5 cm³ roztworu rodanku amonowego, 2 cm³ kwasu siarkowego i 10 cm³ roztworu wzorcowego żelaza Fe^{3+} . Do kolby wrzucić kawałek stałego dwutlenku węgla, wymieszać ruchem okrężnym, przykryć szkiełkiem zegarkowym i odstawić na 15 min. Ostrożnie dodać (wprowadzając biuretę głęboko do kolby) roztworu trójdychlorku tytanu do zaniku różowego zabarwienia (dodanej objętości roztworu trójdychlorku tytanu nie uwzględnia się w obliczeniach), a następnie odmierzyć 25 cm³ badanego styrenu, wymieszać ruchem okrężnym, przykryć szkiełkiem zegarkowym i odstawić na dwie godziny. Po upływie tego czasu miareczkować trójdychlorkiem tytanu do zaniku różowego zabarwienia. Miareczkowanie prowadzić w atmosferze gazu obojętnego.

Zawartość nadtlenczków (X_4) w przeliczeniu na nadtlenek wodoru (H_2O_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V_1 \cdot N \cdot 100}{25 \cdot e_4^{20}} \quad (6)$$

w którym:

V_1 - objętość trójdychlorku tytanu zużytego na miareczkowanie żelaza trójwartościowego (jonu żelaza powstającego pod działaniem nadtlenczków zawartych w badanym styrenie), cm³,

N - miano roztworu trójdychlorku tytanu obliczone wg wzoru (5),

e_4^{20} - gęstość styrenu przyjmuje się za równą 0,906 g/cm³.

5.4.4.4. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 20% wyniku średniego.

5.4.5. Oznaczanie zawartości polimerów

5.4.5.1. Odczynniki

a) Metanol cz.d.a. - odwodniony.

b) Polistyren - perełki polistyrenu nie zawierające plastifikatora.

c) Styren czysty - wolny od polimerów.

d) Podstawowy roztwór wzorcowy polistyrenu (roztwór A). Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć 0,045 g polistyrenu z dokładnością do 0,0002 g, dodać 50 cm³ styrenu i rozpuścić. Po rozpuszczeniu polistyrenu kolbę uzupełnić styrenem do kreski i dobrze wymieszać.

Przygotowany roztwór zawiera 0,05% polimeru.

5.4.5.2. Przygotowanie roboczych roztworów wzorcowych polimeru

a) Wzorec o zawartości polimeru 0,0025% (roztwór B-25). Odmierzyć 5 cm³ roztworu A i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Kolbę uzupełnić styrenem do kreski i wymieszać.

b) Wzorec o zawartości polimeru 0,0005% (roztwór B-5). Odmierzyć 1 cm³ roztworu A i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Kolbę uzupełnić styrenem do kreski i wymieszać.

Do każdego oznaczania należy przygotować świeże wzorce.

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania

a) Oznaczanie zawartości polimeru w ilości do 0,0025%. Do próbki z bezbarwnego szkła o średnicy 25 mm i wysokości 10 mm lub cylindra z doszlifowanym korkiem pojemności 25 cm³ odmierzyć pipetą 2 cm³ badanego styrenu i 20 cm³ metanolu.

Do drugiej takiej samej próbki lub cylindra odmierzyć 2 cm³ roztworu B-25 i 20 cm³ metanolu.

Próbki lub cylindry zamknąć korkiem pokrytym folią aluminiową albo korkiem doszlifowanym i wytrząsać energicznie w ciągu paru sekund.

Po wytrząśnięciu oglądać w świetle rozproszonym na czarnym tle. Zmętnienie badanej próbki powinno być mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu wzorcowego.

b) Oznaczanie zawartości polimeru w ilości do 0,0005%. Do próbki lub cylindra o tych samych wymiarach jak w poz. a) odmierzyć 2 cm³ badanego styrenu i 20 cm³ metanolu. Do drugiej takiej samej próbki lub cylindra odmierzyć 2 cm³ roztworu B-5 i 20 cm³ metanolu. Dalej postępować jak w poz. a).

5.4.6. Czynienie zawartości stabilizatora TBC (p-III - rzędowa butylopirokatychina)

5.4.6.1. Aparaty i przyrządy

- Fotokolorymetr.
- Kuweta grubości 10 mm.
- Rozdzielacze pojemności 125 cm³.

5.4.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Styren cz. wolny od stabilizatora. Stabilizator należy usunąć w następujący sposób: Około 1500 cm³ styrenu przemyć trzykrotnie roztworem 1 N wodorotlenku sodowego, a następnie wodą do uzyskania obojętnego odczynu wody z przemycia wobec wskaźnika lakmusowego.

b) Roztwór wzorcowy stabilizatora TBC w styrenie o zawartości 0,01%. W kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ rozpuścić 0,0905 g stabilizatora TBC w 600 : 700 cm³ styrenu przygotowanego wg 5.4.6.2 a) i roztwór w kolbie uzupełnić tym styrenem do kreski.

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

5.4.6.3. Sporządzanie krzywek wzorcowej. Do kolbek pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć przy pomocy mikroburety: 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 cm³ roztworu wzorcowego przygotowanego wg 5.4.6.2 b) po czym dopełnić do kreski styrenem wolnym od stabilizatora. Kolbki zawierają kolejno 0; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0005; 0,0010; 0,0015; 0,0020; 0,0025; 0,0030% stabilizatora TBC. Zawartość kolbek przenieść ilościowo do rozdzielaczy pojemności 125 cm³. Do każdego rozdzielacza dodać 55 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i wytrząsać przez około 3 min, następnie pozostawić do rozwarstwienia się cieczy, po czym warstwę wodną przesączyć przez bibułę do sączenia do kuwety i zmierzyć absorbancję przy długości fali 485 nm stosując ciemnoniebieski filtr. Pomiar absorbancji należy przeprowadzić dokładnie po 15 min od chwili dodania do rozdzielacza roztworu wodorotlenku sodowego.

Jako roztworu odniesienia należy użyć roztwór wodorotlenku sodowego. Z otrzymanych wartości sporządzić wykres odkładając na osi rzędnych stężenie stabilizatora TBC wyrażone w %, a na osi odciętych absorbancję.

5.4.6.4. Wykonanie oznaczania. Do rozdzielacza pojemności 125 cm³ odmierzyć 50 cm³ badanej próbki, dodać 55 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i wytrząsać przez około 3 minuty, następnie pozostawić do rozwarstwienia się cieczy, po czym wodną warstwę oddzielić, przesączyć przez bibułę do sączenia do kuwety i zmierzyć absorbancję

przy długości fali 485 nm, dokładnie po 15 min od chwili dodania roztworu wodorotlenku sodowego. Z krzywej wzorcowej odczytać zawartość stabilizatora TBC w procentach w badanym styrenie.

5.4.6.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 20% wyniku średniego.

5.4.7. Oznaczanie zawartości hydrochinonu

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak, roztwór 20-procentowy.
- Styren cz., niestabilizowany.
- Roztwory wzorcowe hydrochinonu:

Roztwór wzorcowy I - odważyć 0,023 g hydrochinonu cz. z dokładnością do 0,0002 g i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, rozpuścić w niewielkiej ilości styrenu niestabilizowanego, a następnie tym samym styrenem dopełnić kolbę do kreski i dobrze wymieszać. 1 cm³ tego roztworu zawiera 0,046 mg hydrochinonu.

Roztwór wzorcowy II - do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć buretą 29,5 cm³ roztworu wzorcowego I, uzupełnić do kreski styrenem niestabilizowanym i dobrze wymieszać. 1 cm³ tego roztworu zawiera 0,0136 mg hydrochinonu.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Przygotować trzy cylindry z bezbarwnego szkła pojemności 50 cm³, o tych samych średnicach i oznaczyć je kolejnymi numerami. Do pierwszego odmierzyć 20 cm³ wzorcowego roztworu hydrochinonu I, do drugiego 20 cm³ wzorcowego roztworu hydrochinonu II, a do trzeciego 20 cm³ badanego styrenu stabilizowanego hydrochinonem.

Do cylindrów kolejno dodać po 3 cm³ roztworu amoniaku, wymieszać i porównać zabarwienie badanej próbki z zabarwieniem wzorców.

Badany styren odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanej próbki będzie równe lub słabsze od wzorca I albo równe lub silniejsze od wzorca II.

5.5. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki oznaczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 (Metoda Z).

5.6. Zaświadczenie o jakości. Dla każdej partii produktu uznanej za zgodną z wymaganiami normy należy wystawić i przesłać odbiorcy świadectwo, w którym między innymi należy podać wyniki z przeprowadzonych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne OŚWIĘCIM w Oświęcimiu.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6022-01

- a) ujęto w normie produkt o czystości specjalnej produkowany dotychczas wg ZN-68/MPCh/Sch-357.
- b) zaostrzono wymagania w zakresie zawartości styrenu, aldehydów, polimerów i stabilizatora,
- c) zweryfikowano liczbę wymagań,
- d) zaktualizowano postanowienia dotyczące pakowania, przechowywania i transportu,
- e) zaktualizowano i uściślono metody badań.

3. Normy i dokumenty związane

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

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

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

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

PN-61/C-84908 Wodór techniczny sprężony

PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny

PN-74/C-84913 Powietrze sprężone

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

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

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

Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-87/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny z obręczami wytłaczanymi

BN-87/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny z obręczami nasadzonymi

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej - załącznik 4 do umowy SMGS (Dz.T.i Z.K. Nr 7 poz. 35 z 1966 r.)

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Aneks 1 do konwencji CIM (Dz.T.i Z.K. Nr 7, poz. 44 z 1985 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa Polskie Koleje Państwowe o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz.T.i Z.K. Nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz.U. Nr 67, poz. 301 z 1983 r.)

Ustawa o prawie przewozowym z dnia 15 listopada 1984 r. (Dz.U. Nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (M.P. Nr 24 poz. 123 z 1963 r. i Nr 35 poz. 250 z 1968 r.)

4. Normy zagraniczne

Bulgaria BDS 10776-73 Styren syntetyczny techniczny

CSRS PN 14-003-64 Styren

NRD TGL 9311 (1961) Organische Zwischenprodukte. Styrol monomer

ZSRR ГОСТ 10003-67 Стирол

ГОСТ 5.1283-72 Стирол. Требование к качеству аттестованной продукции

5. Gęstość styrenu technicznego ²⁰₄ utrzymuje się w zakresie 0,905 ÷ 0,907.

6. Zawartość etylobenzenu dla:

- rodzaju O, nie więcej niż 0,15%,
- rodzaju T, nie więcej niż 0,25%.

7. Wydanie 2 - stan aktualny: grudzień 1987

a) uaktualniono normy i dokumenty związane i treść p. 4.1, 4.3, 5.2 i 5.4.1,

b) zmieniono format,

c) uwzględniono zmiany:

zmiana 1 - Biuletyn PKNMij nr 4/1980.