

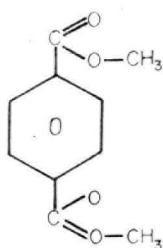
PRODUKTY CHEMICZNE ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88 6026-82
	Dwumetylotereftalan	
		Grupa katalogowa 1021

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest dwumetylotereftalan (DMT) stosowany do produkcji włókien poliestrowych, otrzymany metodą katalitycznego utleniania *p*-ksylenu, a następnie estryfikacji alkoholem metylowym.

Dwumetylotereftalan ma:

- a) wzór sumaryczny $C_{10}O_4H_{10}$ (1)
b) wzór strukturalny (2)



c) masę molową 194,19.

1.2. Określenia. Partia dwumetylotereftalanu — ilość produktu dostarczona odbiorcy z jednym atestem jakościowym.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział i oznaczenie — wg SWW, podbranza 1242-715 uzupełnione nazwą produktu i numerem normy.

2.2. Przykład oznaczenia

SWW 1242-715 DWUMETYLOTEREFTALAN BN-88/6026-82

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Dwumetylotereftalan powinien być produktem krystalicznym w postaci białych płatków bez zanieczyszczeń mechanicznych.

3.2. Wymagania szczegółowe — wg tablicy.

Lp.	Wymagania		Metody badań wg
1	Wygląd zewnętrzny — w stanie stałym — w stanie stopionym	białe płatki klarowna ciecz wolna od zawiesin	5.2.1.1 5.2.1.2
2	Barwa stopu w jednostkach Hazeną, nie więcej niż	10	5.2.2
3	Temperatura krystalizacji, 0°C	od 140,62 do 140,64	5.2.3
4	Liczba kwasowa, w mg KOH na 1 g produktu, nie więcej niż	0,03	5.2.4
5	Absorbancja roztworu w chloroformie przy długości fali nm, nie więcej niż	0,1	5.2.5
6	Zawartość popiołu, %, nie więcej niż	0,001	5.2.6
7	Zawartość żelaza, %, nie więcej niż	0,0001	5.2.7

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Dwumetylotereftalan należy pakować do worków papierowych pięciowarstwowych z przekładką bitumiczną lub do worków z folii polietylenowej, należy z zabezpieczając go przed dostępem wilgoci i zanieczyszczeń. Zawartość produktu w worku 25 ÷ 30 kg. Po uzgodnieniu pomiędzy dostawcą, odbiorcą i przewoźnikiem, dopuszcza się inny rodzaj opakowania, które będzie zapewniało zachowanie jakości produktu i będzie miało wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

Na każdym worku należy umieścić etykietkę zawierającą następujące dane:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
b) nazwę produktu wg rozdz. 2,

Zgłoszona przez Instytut Włókien Chemicznych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1988, poz. 31)

- c) masę brutto i netto,
- d) numer partii oraz datę produkcji,
- e) oznaczenie wg rozdz. 2,
- f) znak kontroli jakości,
- g) znak ochrony przed wilgocią wg PN-85/O-79252,
- h) liczbę warstw składowania,
- i) liczbę warstw ładowania.

4.2. Przechowywanie. Dwumetylotereftalan należy przechowywać w oryginalnych opakowaniach w suchych pomieszczeniach. Worki układać maksymalnie w ośmiu warstwach po trzy obok siebie na paletach i zabezpieczyć dodatkowo folią termokurczliwą.

4.3. Transport. Dwumetylotereftalan opakowany i oznakowany wg 4.1 należy transportować dowolnym środkiem transportu, zapewniającym ochronę przed wilgocią zgodnie z przepisami transportowymi dla materiałów nie zagrażających bezpieczeństwu¹⁾. Do środka transportowego opakowania układać w 8 warstwach.

Dwumetylotereftalan nie stwarza zagrożenia w transporcie i nie podlega przepisom transportowym wg RID/ADR.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek — wg PN-73/C-04333.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie wyglądu zewnętrznego

5.2.1.1. Oznaczanie wyglądu zewnętrznego w stanie stałym. Wygląd zewnętrzny dwumetylotereftalanu określić wizualnie na białym tle.

5.2.1.2. Oznaczanie wyglądu zewnętrznego po stopieniu. Badaną próbkę dwumetylotereftalanu w ilości około 35 g stopić w próbownicy o wymiarach $\varnothing 20 \times 200$ mm, z bezbarwnego termoodpornego szkła, w temperaturze $175 \pm 1^\circ\text{C}$. Wygląd zewnętrzny stopu określić wizualnie.

5.2.2. Oznaczanie barwy

5.2.2.1. Zasada metody. Metoda polega na wizualnym porównaniu barwy badanej próbki po stopieniu z barwą roztworów skali Hazena.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie barwy stopionego dwumetylotereftalanu wykonać zgodnie z PN-81/C-04534/01 p. 2.1 — metoda wizualna, z następującymi uzupełnieniami:

a) do oznaczania stosować zamiast cylindrów kolorymetrycznych próbki ze szkła bezbarwnego $\varnothing 20 \times 200$ mm,

b) próbkę stapiać wg 5.2.1.2,

c) próbki z roztworami wzorcowymi skali Hazena od 0 ÷ 50 jednostek należy zatopić i umieścić w statywie na białym, podświetlonym tle,

d) porównać barwę stopionej próbki z roztworami wzorcowymi skali Hazena, wstawiając próbki w otwory podświetlonego statywu,

e) porównanie barwy przeprowadzić patrząc wzdłuż osi próbki; porównanie wykonać szybko ze względu na krystalizację dwumetylotereftalanu,

f) podać wynik w jednostkach Hazena.

5.2.3. Oznaczanie temperatury krystalizacji

5.2.3.1. Zasada metody. Metoda polega na łagodnym schłodzeniu stopionej próbki i oznaczaniu temperatury krystalizacji przez obserwację temperatury w czasie krystalizacji.

5.2.3.2. Odczynniki — *p*-ksylen cz. lub cz.d.a.

5.2.3.3. Wykonanie oznaczania. Temperaturę krystalizacji dwumetylotereftalanu oznaczyć zgodnie z PN-81/C-04514 z następującymi uzupełnieniami:

a) stosować termometr o zakresie temperatury $139 \div 143^\circ\text{C}$ z podziałką elementarną $0,01^\circ\text{C}$,

b) nie stosować odczynników podanych w PN-81/C-04514,

c) termometr pomiarowy przed pomiarem powinien być sprawdzony w tych samych warunkach, przez oznaczanie temperatury krystalizacji standardowej próbki dwumetylotereftalanu, którego temperatura krystalizacji wynosi $140,64^\circ\text{C}$.

5.2.3.4. Obliczanie wyniku. Temperaturę krystalizacji (T_k) obliczyć w $^\circ\text{C}$ wg wzoru

$$T_k = T_2 + (T - T_1) \quad (3)$$

w którym:

T_2 — temperatura krystalizacji badanej próbki odczytana w czasie pomiaru,

T — temperatura krystalizacji wzorcowego dwumetylotereftalanu teoretyczna — $140,64^\circ\text{C}$,

T_1 — temperatura krystalizacji wzorcowego dwumetylotereftalanu zmierzona równolegle z próbką badaną.

5.2.3.5. Podawanie wyników. Za wynik pomiaru przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń równoległych, między którymi rozbieżność nie może przekraczać $0,02^\circ\text{C}$.

5.2.4. Oznaczanie liczby kwasowej

5.2.4.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na zmierzaniu badanej próbki alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego, wobec błękitu bromotymolowego jako wskaźnika.

5.2.4.2. Aparatura i przyrządy

a) Elektryczna płytka grzejna lub łaźnia wodna.

b) Kolba stożkowa pojemności 300 ml.

c) Mikrobiureta o działce elementarnej $0,01$ ml.

5.2.4.3. Odczynniki i roztwory

a) Chloroform cz.d.a.

b) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór alkoholowy $c(\text{KOH}) = 0,05$ mol/l przygotowany wg PN-81/C-04530/01.

c) Błękit bromotymolowy, roztwór alkoholowy $0,01\%$.

d) Alkohol etylowy rektyfikowany 96% .

5.2.4.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć $20 \pm 0,1$ g badanej próbki dwumetylotereftalanu, umieścić w kolbie stożkowej, dodać 100 ml chloroformu i rozpuścić, ogrzewając na łaźni wodnej. Schłodzić do temperatury pokojowej, dodać 2 ml błękitu bromotymolowego i mierzować roztworem wodorotlenku potasowego do zmiany barwy z jasnożółtej do niebieskiej, utrzymując się w ciągu 20 s. Równolegle przeprowadzić ślepą próbę z tymi samymi ilościami odczynników, bez próbki badanej.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

5.2.4.5. Obliczanie wyników. Liczbę kwasową (X) w mg KOH na 1 g produktu obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot n \cdot 56,1 \cdot 1000}{m \cdot 1000} = \frac{(V - V_1) \cdot n \cdot 56,1}{m} \quad (4)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku potasowego zużyta na zmiareczkowanie próbki, ml,

V_1 — objętość roztworu wodorotlenku potasowego zużyta na zmiareczkowanie ślepej próby, ml,

n — normalność roztworu wodorotlenku potasowego,

m — masa badanej próbki, g.

5.2.4.6. Podawanie wyników. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,003 mg KOH/g.

5.2.5. Oznaczanie absorbancji roztworu w chloroformie

5.2.5.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na pomiarze absorbancji roztworu badanej próbki w chloroformie przy długości fali 325 nm.

5.2.5.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr umożliwiający pomiar przy długości fali 325 nm.

b) Kuwety kwarcowe o grubości warstwy absorpcyjnej nie mniej niż 4 cm.

5.2.5.3. Odczynniki — chloroform cz.d.a.

5.2.5.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć do kolbki pomiarowej pojemności 25 ml, 2,5 g badanej próbki dwumetylotereftalanu z dokładnością do 0,001 g. Dodać około 20 ml chloroformu i całkowicie rozpuścić. Kolbę zamknąć i odstawić na 15 min. Dopęlnić następnie chloroformem do kreski i dokładnie wymieszać. Jedną kuwetę napęlnić badanym roztworem, drugą zaś chloroformem. Mierzyć absorbancję badanej próbki przy długości fali 325 nm w odniesieniu do chloroformu.

5.2.5.5. Obliczanie wyników. Absorbancję badanego dwumetylotereftalanu (X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{10 \cdot E_{325}}{d \cdot m} \quad (5)$$

w którym:

E_{325} — zmierzona absorbancja,

d — grubość warstwy absorpcyjnej kuwety, cm,

m — masa próbki wziętej do oznaczania, g.

5.2.5.6. Podawanie wyników. Za wynik pomiaru przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,01.

5.2.6. Oznaczanie zawartości popiołu

5.2.6.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na dowolnym spaleniu badanej próbki dwumetylotereftalanu i następnie wyprażeniu jej w piecu mufowym w temperaturze $800 \pm 15^\circ\text{C}$, do stałej masy.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie zawartości popiołu w dwumetylotereftalanie wykonać zgodnie z PN-77/C-97065 z następującym uzupełnieniem:

pobrać do wykonania oznaczania próbkę o masie 100 g.

5.2.7. Oznaczanie zawartości żelaza

5.2.7.1. Zasada metody. Metoda polega na tworzeniu się w środowisku kwaśnym czerwonego kompleksu tio-cyanianu żelazowego w wyniku reakcji jonów żelazowych Fe(III) z jonami tio-cyanowymi.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie zawartości żelaza w dwumetylotereftalanie wykonać zgodnie z PN-81/C-04521/03 z następującymi uzupełnieniami:

a) Odważyć na wadze analitycznej 20 g dwumetylotereftalanu w tyglu kwarcowym. Próbkę początkowo spalać powoli nad płomieniem palnika gazowego lub na elektrycznej płytce grzejnej, a następnie włożyć ją do pieca mufowego o temperaturze 800°C , w celu całkowitego zmineralizowania. Po wystudzeniu popiół zwilżyć 2 ml stężonego kwasu siarkowego, odparować do białych dymów, następnie zawartość tygla przenieść ilościowo za pomocą wody destylowanej do kolby. Dalej postępować tak, jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Próbkę ślepą wykonać zgodnie z PN-81/C-04521/03 p. 7b),

b) skalę wzorcową przygotować z roztworu roboczego zawierającego w 1 ml 0,001 mg żelaza,

c) zawartość żelaza w badanej próbce (X) obliczyć w % wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 100}{m \cdot 1000} = \frac{a}{10 \cdot m} \quad (6)$$

w którym:

a — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — masa badanej próbki, g.

5.2.7.3. Podawanie wyników. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,00002%.

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

5.4. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Każda przesyłka stanowiąca partię powinna mieć załączony atest.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Włókien Chemicznych, Łódź, Zakłady Włókien Chemicznych ELANA, Toruń.

2. Normy i dokumenty związane

PN-73/C-04333 Produkty węglowodórne. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-81/C-04514 Oznaczanie temperatury krystalizacji substancji organicznych

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-77/C-97065 Produkty węglowodórne. Oznaczanie zawartości popiołu

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

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

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. — Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa 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.) wraz z późniejszymi zmianami

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep. (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

3. Autorzy projektu normy — inż. Alicja Miłosz, Instytut Włókien Chemicznych, Łódź, mgr inż. Bogumiła Sytniewska, Zakłady Włókien Chemicznych, ELANA, Toruń.