

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-77
	Bezwodnik maleinowy techniczny	6026-72
		Grupa katalogowa X 21

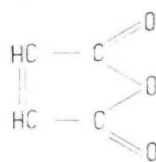
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest bezwodnik maleinowy techniczny otrzymywany przez katalityczne utlenianie benzenu tlenem z powietrza.

Bezwodnik maleinowy ma:

a) wzór sumaryczny $C_4H_2O_3$

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 98,06 (1964 r.).

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Bezwodnik maleinowy stosuje się głównie w przemyśle tworzyw sztucznych oraz w przemyśle farb i lakierów.

2. OZNACZENIE

BEZWODNIK MALEINOWY BN-77/6026-72

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Bezwodnik maleinowy powinien mieć postać nieregularnych granulek lub płatków koloru białego, zaś po stopnieniu powinien być bezbarwną klarowną cieczą.

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

Tablica 1

Wymagania	
a) Bezwodnika maleinowego, %, nie mniej niż	99,5
b) Barwa, stopnie w skali Pt-Co, nie więcej niż	40
c) Temperatura krystalizacji, °C, nie niższa niż	52
d) Popiołu, %, nie więcej niż	0,002
e) Żelaza, %, nie więcej niż	0,0005

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Bezwodnik maleinowy należy pakować po 50 kg do worków polietylenowych wg BN-70/6414-06, zamykanych przez zgrzewanie, umieszczonych w workach polipropylenowych lub jutowych wg PN-72/P-84535.

Wymiary i sposób zamknięcia worków polipropylenowych i jutowych powinny być zgodne z PN-71/O-79035.

Bezwodnik maleinowy w stanie stopionym należy dostarczać w specjalnych autocysternach wykonanych ze stali kwasoodpornej, które są izolowane oraz wyposażone w urządzenia grzewcze. Dopuszcza się inny rodzaj opakowania, zabezpieczający jakość produktu w tym samym stopniu jak wyżej wymienione i mający wymiary zgodne z PN-64/O-79021.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-67/O-79252, umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2,
- numer partii,
- masę brutto i netto,
- datę produkcji.

W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm. Ładunek na paletcie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem i deformacją.

4.2. Przechowywanie. Bezwodnik maleinowy należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1 w następujących warunkach:

- w pomieszczeniach krytych i suchych,
- w temperaturze nie przekraczającej 30°C,
- w okresie zimowym nie jest konieczne ogrzewanie pomieszczeń magazynowych,
- w pomieszczeniach powinna być sprawna wentylacja wyciągowa,

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA dnia 31 stycznia 1977 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1977 poz. 14)

e) w pomieszczeniach magazynowych nie wolno używać otwartego ognia,

f) worki z bezwodnikiem maleinowym powinny być układane najwyżej w 8 warstwach.

Bezwodnik maleinowy w stanie stopionym należy przechowywać w zbiornikach ze stali kwasoodpornej, pod nadmuchem azotu. Zbiorniki powinny być wyposażone w urządzenia grzewcze utrzymujące temperaturę $60 \pm 2^\circ\text{C}$. Przegrzewanie bezwodnika powyżej tej temperatury może spowodować pogorszenie jakości produktu. Okres magazynowania dla bezwodnika w stanie stałym nie powinien przekraczać 6 miesięcy, a dla stopionego 10 dni, licząc od daty produkcji.

4.3. Transport. Bezwodnik maleinowy należy przewozić krytymi środkami transportowymi, z zachowaniem warunków podanych w 4.2a), b), e), f).

Napełnione worki należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportowego, tak aby ładunek tworzył zwartą całość zabezpieczoną przed przesunięciem i wzajemnym uszkodzeniem.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości bezwodnika maleinowego (3.2a),
- oznaczanie barwy (3.2b),
- oznaczanie temperatury krystalizacji (3.2c),
- oznaczanie zawartości popiołu (3.2d),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2e).

5.2. Wielkość partii. Za partię produktu należy uważać najwyżej 20 t bezwodnika maleinowego w stanie stałym lub zawartość jednej autocysterny w stanie stopionym.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500.

Próbki pierwotne produktu stałego należy pobierać próbnikiem 15 lub 16, a produktu stopionego próbnikiem 2 lub 4 wg PN-74/C-60003.

Z partii produktu w autocysternie należy pobrać z całej grubości warstwy 5 próbek pierwotnych, każda o objętości co najmniej 500 cm^3 .

W przypadku partii produktu w workach należy wybrać w sposób losowy na ślepo liczbę opakowań podaną w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wylosowanych
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
251 ÷ 490	16

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać po 2 próbki pierwotne, każda o masie co najmniej 100 g. Próbki pierwotne pobrane z worków lub autocystern należy umieścić w czystym i suchym naczyniu i dokładnie wymieszać.

Z tak sporządzonej próbki ogólnej pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 1500 g. Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie równe części, z których jedną należy przeznaczyć do badań laboratoryjnych, a drugą przechowywać do analiz rozjemczych w ciągu 1 miesiąca, licząc od daty wysyłki.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego należy wykonać nieuzbrojonym okiem.

5.4.2. Oznaczanie zawartości bezwodnika maleinowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Fenoloftaleina, roztwór 1-procentowy w alkoholu etylowym.

b) Kwaśny ftalan potasowy cz.d.a., trzykrotnie przekrystalizowany z wody w temperaturze 35°C z dodatkiem za pierwszym razem 0,5 g węglanu potasowego na każde 250 g kwaśnego ftalanu potasowego, oraz wysuszony do stałej masy w temperaturze 125°C .

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 0,5N roztwór nie zawierający węglanów, nastawiony na kwaśny ftalan potasowy wg 5.4.1.2.

d) Woda destylowana świeżo wygotowana.

5.4.2.2. Nastawienie miana 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego. Odważyć 2 g kwaśnego ftalanu potasowego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 100 cm^3 wody destylowanej i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do uzyskania lekko różowego zabarwienia wobec fenoloftaleiny.

Normalność roztworu wodorotlenku sodowego (N) należy obliczyć wg wzoru

$$N = \frac{m}{0,20422 \cdot V} \quad (1)$$

w którym:

m — odważka kwaśnego ftalanu potasowego, g,

V — objętość 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

0,20422 — miligramorównoważnik kwaśnego ftalanu potasowego.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej trzech równoległych oznaczeń.

5.4.2.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 odważyć z dokładnością do 0,0002 g 0,7 ÷ 1 g bezwodnika maleinowego, rozpuścić w 100 cm^3 wody destylowanej, dodać 5 kropli fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do lekko różowego zabarwienia.

Zawartość bezwodnika maleinowego (X_1) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot N \cdot 0,04903 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

N — normalność 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego oznaczona wg 5.4.2.2,

m — odważka próbki, g,

0,04903 — miligramorównoważnik bezwodnika maleinowego.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 1%.

5.4.3. Oznaczanie barwy

5.4.3.1. Przyrządy

a) Cylindry kolorymetryczne z jednakowego bezbarwnego szkła, wysokości około 300 mm i średnicy 27 mm. Cylindry powinny być tak dobrane, aby objętości 50 cm^3 przypadły we wszystkich cylindrach na tej samej wysokości od dna cylindra.

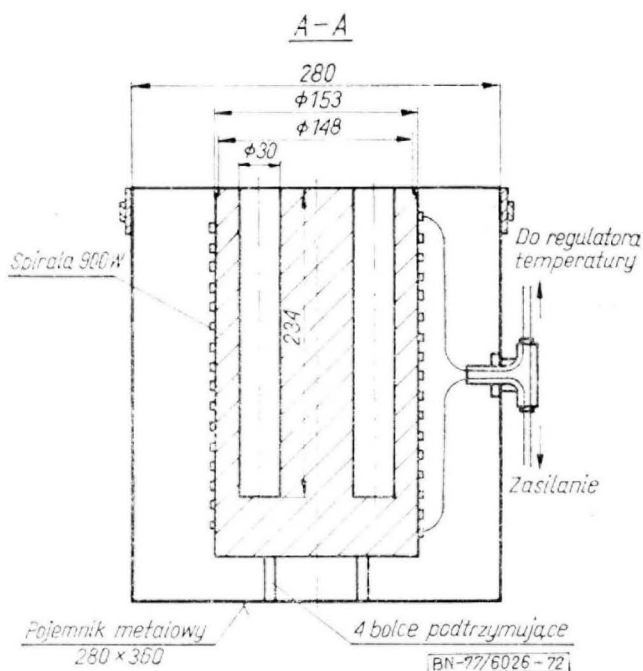
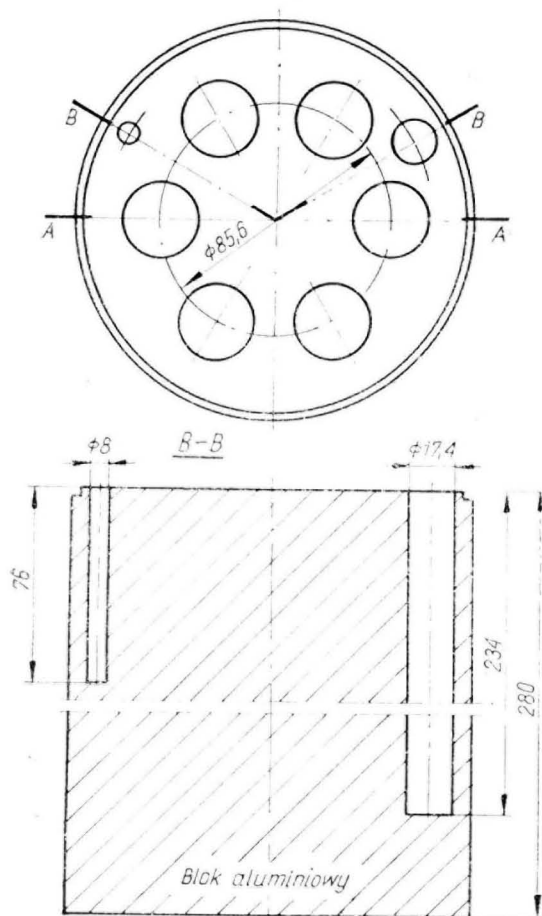
b) Blok aluminiowy (wg rysunku) ogrzewany elektrycznie z regulacją temperatury poprzez termometr kontaktowy. Temperaturę w bloku należy dodatkowo sprawdzać termometrem kontrolnym, umieszczonym w otworze o głębokości około 75 mm i średnicy 9 mm.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory — wg BN-71/6020-02 p. 2.3.

5.4.3.3. Przygotowanie skali platynowo-kobaltowej — wg BN-71/6020-02.

Roztwory należy umieścić w cylindrach kolorymetrycznych wg 5.4.2.1a) i zabezpieczyć przed zanieczyszczeniem.

5.4.3.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 60 g bezwodnika maleinowego; umieścić w cylindrze kolorymetrycznym i przykryć korkiem szklanym mającym pewien luz. Cylinder umieścić w bloku ogrzewanym do temperatury 75 ÷



80°C i po stopieniu próbki porównać barwę bezwodnika maleinowego z barwą roztworów skali platynowo-kobaltowej na białym tle, przy dziennym rozproszonym świetle, unikając dodatkowego bocznego oświetlenia.

5.4.3.5. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń w stopniach skali Pt-Co nie powinna przekraczać:

- w zakresie powtarzalności — 10 stopni,
- w zakresie odtwarzalności — 10 stopni.

5.4.3.6. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń zgodnych z 5.4.3.5.

5.4.4. Oznaczanie temperatury krystalizacji wykonać wg PN-75/C-04514.

5.4.5. Oznaczanie zawartości popiołu. Odważyć 50 g bezwodnika maleinowego z dokładnością do 0,1 g i ogrzewając palnikiem powoli odparowywać porcjami w uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tygliku platynowym. Otrzymaną pozostałość prażyć w piecu muflowym w temperaturze $600 \pm 30^\circ\text{C}$ do stałej masy. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej w eksykatorze, zważyć tygiel ponownie z dokładnością do 0,0002 g. Popiół należy zachować do oznaczania żelaza wg 5.4.6.

Zawartość popiołu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

- m_1 — masa pozostałości po wyprażeniu, g,
- m — odważka badanego produktu, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się co najwyżej o 0,001%.

5.4.6. Oznaczanie zawartości żelaza. Popiół w tygliku (po oznaczaniu wg 5.4.5) zalać 5 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu solnego i mieszając pręcikiem szklanym ogrzewać na łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i dalej postępować wg PN-75/C-04521.02 p. 7.

Zawartość żelaza (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{c - 100}{1600 \cdot m} = \frac{c}{10 \cdot m} \quad (4)$$

w którym:

- c — stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej, mg/100 cm³,
- m — odważka badanego produktu, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,0002%.

5.5. Interpretacja wyników. Wyniki oraz wartości liczbowe występujące w normie należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2 (metoda Z).

5.6. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii wysyłkowej bezwodnika maleinowego wytwórca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność partii z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Azotowe KĘDZIERZYN w Kędzierzynie.

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-68/MPChem/Sch-369

- a) wprowadzono oznaczanie barwy i zawartości popiołu,
- b) podwyższono zawartość bezwodnika maleinowego o 1%,
- c) obniżono zawartość żelaza.

3. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-75/C-04514 Oznaczanie temperatury krystalizacji substancji organicznych
- PN-75/C-04521.02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2-dwupirydyli
- PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

PN-71/O-79035 Opakowania transportowe. Worki z włókien lękowych i z folii z tworzyw sztucznych. Sze-regi wymiarowe

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-72/P-84535 Worki z włókien lękowych

BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

BN-71/6020-02 Oznaczanie barwy produktów organicznych

4. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

- Anglia BS 3774: 1964 Maleic anhydride
- Indie IS 5149-1969 Maleic anhydride
- Japonia JIS K 1359-1972 Maleic anhydride
- ZSRR ГОСТ 5,747-71 Ангидрид малеиновый технический
- ГОСТ 11153-65 Ангидрид малеиновый технический
- ISO R 1390.1970 Maleic anhydride for industrial use. Methods of test
- RWPG PC 4266-73 Ангидрид малеиновый технический — norma niezgodna