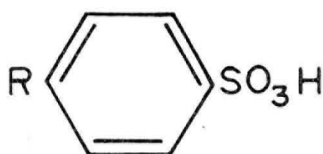


PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Kwasy alkilobenzenosulfonowe	6026-74
		Zamiast BN-78/6026-74
		Grupa katalogowa 1021

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są kwasy alkilobenzenosulfonowe otrzymane przez sulfonowanie alkilobenzenu gazowym SO_3 lub ciekłym oleum. Kwasy alkilobenzenosulfonowe mają ogólny wzór budowy:



w którym R oznacza rodnik alifatyczny o długości łańcucha $\text{C}_{10} \div \text{C}_{13}$.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kwasy alkilobenzenosulfonowe są stosowane do produkcji środków piorących, myjących i czyszczących.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od użytego czynnika sulfonującego, rozróżnia się dwa rodzaje kwasów alkilobenzenosulfonowych oznaczone symbolami:

S — z sulfonowania gazowym SO_3 ,

O — z sulfonowania ciekłym oleum.

Dla rodzaju kwasów alkilobenzenosulfonowych S wyróżnia się dwa gatunki S_I i S_{II} różniące się zawartością kwasu siarkowego.

2.2. Przykład oznaczenia kwasów alkilobenzenosulfonowych rodzaju S:

KWASY ALKILOBENZENOSULFONOWE S_I BN-86/6026-74

3. WYMAGANIA

Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje		
	S		O
	gatunki		
	S _I	S _{II}	
a) Wygląd zewnętrzny	ciecz bez zanieczyszczeń		
b) Kwasów alkilobenzenosulfonowych, %(m/m), co najmniej	93	93	85
c) Kwasu siarkowego, %(m/m) nie więcej niż	1,3	2,5	8,5
d) Substancji ekstrahowanych eterem naftowym, %(m/m), nie więcej niż	2,5	2,5	3,0
e) Wody, %(m/m), nie więcej niż	1,5	1,5	nie normalizuje się
f) Barwa 20%(m/m) roztworu w mieszaninie woda/alkohol etylowy w stosunku 1:1 po zobojętnieniu wodorotlenkiem sodowym, nie więcej niż	100	100	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwasy alkilobenzenosulfonowe należy pakować w cysterny ze stali kwasoodpornej, zbiorniki stalowe wyłożone wykładziną zabezpieczającą przed korozją, bębny poliilefinowe wykonane z polietylenu dużej gęstości pojemności 120 l wg BN-73/6411-05. Zaleca się stosowanie cystern zaopatrzonych w elementy grzejne i mieszadła lub pompy cyrkulacyjne umożliwiające podgrzanie produktu podczas pobierania. Dopuszcza się stosowanie innych opakowań, po uzgodnieniu pomiędzy dostawcą, odbiorcą i przewoź-

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1987, poz. 13)

nikiem pod warunkiem, że będą one odporne na działanie kwasów alkilobenzenosulfonowych i kwasu siarkowego oraz zabezpieczą produkt co najmniej w takim stopniu jak wyżej wymienione opakowania zgodnie z przepisami o przewożeniu materiałów niebezpiecznych. Opakowania należy napędzać do 95% ich pojemności. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać, podając:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) datę produkcji i numer partii,
- d) masę brutto i netto w kg,
- e) liczbę warstw składowania,
- f) dopuszczalną liczbę warstw ładowania,
- g) znak ostrzegawczy dla materiałów niebezpiecznych, nalepka nr 8 — materiał żrący, zgodnie z przepisami transportowymi wg RID/ADR. Na cysternach i zbiornikach należy umieścić oznakowanie trwałe i widoczne, a na beczkach — na jednym z den. Wymiary znaków, barwa i miejsce umieszczenia — wg PN-85/O-79252.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji do formowania jednostek ładunkowych należy używać palety o wymiarach 800×1200 wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem i deformacją tak, aby wraz z paletą tworzył zwartą stabilną jednostkę ładunkową.

4.3. Przechowywanie. Kwasy alkilobenzenosulfonowe należy przechowywać w zbiornikach ze stali kwasoodpornej, w zbiornikach stalowych wyłożonych odporną powłoką ochronną, wyposażonych w elementy grzejne lub w bębny poliolefinowe (w przypadku bębnow — nie więcej niż 2 warstwy).

4.4. Transport. Kwasy alkilobenzenosulfonowe są materiałami niebezpiecznymi, zaliczone do klasy 8, rodzaj S, p. 34c, rodzaj 0, 1 b wg RID/ADR. Opakowane wg 4.1 należy przewozić środkami transportowymi kolejowymi lub drogowymi zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi dotyczącymi materiałów niebezpiecznych¹⁾.

Dopuszczalna liczba warstw ładowania do środka transportowego z zastosowaniem przekładek wynosi 2. Zaleca się ładowanie w 1 warstwie do wagonów przestronnych, zabezpieczając opakowany produkt przed przemieszczaniem się w czasie transportu.

5. BADANIA

5.1. Program badań

5.1.1. Badania pełne obejmują:

- a) sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.a),
- b) oznaczanie zawartości kwasów alkilobenzenosulfonowych (3.b),
- c) oznaczanie zawartości kwasu siarkowego (3.c),

d) oznaczanie zawartości substancji ekstrahowanych eterem naftowym (3.d),

e) oznaczanie zawartości wody (3.e),

f) oznaczanie barwy (3.f).

Badania pełne należy wykonywać co najmniej raz na 6 miesięcy oraz przy każdej zmianie surowców i technologii.

5.1.2. Badania niepełne obejmują badania podane w 5.1.1.a), b), d), e), f).

Badania niepełne należy wykonać dla każdej partii towaru.

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi zawartość jednej cysterny lub w przypadku dostawy w bębnach poliolefinowych najwyżej 100 sztuk opakowań.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej

5.3.1. Pobieranie próbek u producenta. Próbki należy pobierać w sposób ciągły w czasie napełniania cystern lub bębnow.

5.3.2. Pobieranie próbek u odbiorcy z cystern. Pobrać próbkę próbnikiem nr 10 wg PN-74/C-60008 z dolnej, środkowej i górnej części cysterny w stosunku 1:3:1.

Przy pobieraniu próbek z bębnow, należy stosować wytyczne ogólne wg PN-67/C-04500.

Z partii produktu w bębnach, w zależności od jej liczności, należy wybrać w sposób losowy na ślepo zgodnie z PN-83/N-03010 liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań jednostkowych, które należy wybrać do pobierania próbek
sztuk	
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14

Próbki należy pobierać próbnikiem nr 9 wg PN-74/C-60008 po uprzednim kilkakrotnym przetoczeniu bębnow. Są to tzw. próbki pierwotne. W przypadku analizy rozjemczej, próbki należy pobierać i wykonywać analizę w obecności przedstawicieli producenta i odbiorcy.

5.3.3. Przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbki pierwotne należy pobierać tylokrotnie, aż próbka ogólna będzie mniejsza niż 1 l. Pobrane próbki połączyć, dokładnie wymieszać i podzielić na dwie części, z których jedną przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej w ciągu 6 tygodni.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego. Sprawdzić wizualnie wygląd zewnętrzny próbki pobranej wg 5.3.

5.4.2. Oznaczanie zawartości kwasów alkilobenzenosulfonowych. Oznaczanie wykonać wg PN-77/C-04821, stosując odważkę około 0,8 g. W obliczeniach stosować masę cząsteczkową $M = 326$.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe

5.4.3. Oznaczanie zawartości kwasu siarkowego

5.4.3.1. Aparatura, odczynniki i roztwory

a) Odczynnik ołowiawy, roztwór mianowany o $c = 0,025$ mol/l. Odważyć 4,032 g chlorku ołowiawego i rozpuścić porcjami, mieszając w około 500 ml gorącej, destylowanej wody. Odważyć 3,983 g octanu ołowiawego trójwodnego $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ cz.d.a. w około 100 ml wody destylowanej i dodać do otrzymanego roztworu 5 ml kwasu octowego. Połączyć oba roztwory i dopełnić wodą destylowaną do objętości 1000 ml. Stężenie roztworu nastawić, stosując kwas siarkowy mianowany o $c(H_2SO_4) = 0,025$ mol/l i zmiareczkować 5 ml próbki wg przepisu zgodnie z 5.4.3.2.

b) Ditizon, roztwór w acetonie cz.d.a. o c (ditizon) = 1 mg/ml.

c) Amoniak, roztwór 3%(V/V).

d) Kwas solny, roztwór 3%(V/V).

e) Aceton, cz.d.a.

f) Elektroda szklana.

g) Elektroda kalomelowa.

h) Pehametr.

i) Mieszadło magnetyczne.

j) Biureta pojemności 10 ml.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczenia. Odważyć z dokładnością do 0,01 g próbkę kwasów alkilobenzenosulfonowych takiej wielkości, aby zawierała $15 \div 30$ mg kwasu siarkowego. Próbkę przenieść do zlewki pojemności 250 ml, stosując 70 ml acetonu (5.4.3.1e). Następnie dodać tyle wody, aby łączna objętość próbki kwasów alkilobenzenosulfonowych i wody wynosiła 30 ml. Zlewkę umieścić na mieszadle magnetycznym i przy stałym mieszaniu nastawić pH na $2,7 \div 3,0$, stosując roztwór amoniaku (5.4.3.1d) lub kwasu solnego (5.4.3.1c). Dodać 1 ml roztworu ditizonu, zanurzyć koniec biurety w roztworze i miareczkować otrzymany układ roztworem (5.4.3.1a), obserwując jego barwę i pH. Przy odchyleniach pH odżądanego zakresu skorygować go dodatkiem kwasu solnego lub amoniaku. Za koniec miareczkowania przyjmuje się moment, w którym roztwór zmętniał pod wpływem powstałego siarczanu ołowiawego zmienia barwę z niebieskozielonej na stalowoszarą z odcieniem czerwonym. Wskazane jest obserwowanie zmian barwy pod kątem 45° w świetle ze źródła światła białego.

5.4.3.3. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość kwasu siarkowego (X) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot c_B \cdot 98,08}{10 \cdot m}$$

w którym:

V — ilość roztworu odczynnika ołowiawego zużyta do zmiareczkowania próbki, ml,

c_B — stężenie molowe odczynnika ołowiawego, mol/l,

m — masa odważki kwasów alkilobenzenosulfonowych, g,

98,08 masa cząsteczkowa kwasu siarkowego, g.

5.4.3.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej trzech oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,02.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji ekstrahowanych eterem naftowym wykonać wg BN-84/6069-29.

5.4.5. Oznaczanie zawartości wody wykonać metodą destylacyjną zgodnie z PN-83/C-04523.

5.4.6. Oznaczanie barwy

5.4.6.1. Aparatura, odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04534/02 oraz

a) Wodorotlenek sodowy, cz.

b) Mieszanina wody i alkoholu etylowego w stosunku 1:1 (V/V).

c) Pehametr z elektrodami szklaną i kalomelową.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 20 g kwasów alkilobenzenosulfonowych. Odważkę rozpuścić w mieszaninie wody i alkoholu etylowego (1:1). Zobjętnić do pH 7 za pomocą wodorotlenku sodowego (około 1,5 g) rozpuszczonego w mieszaninie wody i alkoholu etylowego (1:1). Po doprowadzeniu do pH 7 próbkę rozcieńczyć mieszaniną wody i alkoholu etylowego tak, aby łączna ilość tej mieszaniny zużyta do rozpuszczenia kwasów alkilobenzenosulfonowych i wodorotlenku sodowego oraz do rozcieńczenia roztworu wynosiła 80 g. Z tak przygotowanego roztworu pobrać próbkę i wykonać oznaczanie barwy w skali jodowej wg PN-82/C-04534/02.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb — dotyczących końcowych wyników oznaczeń parametrów wg rozdz. 3b) ÷ e) należy wykonać zgodnie z PN-70/N-02120 3.3.2.

5.6. Ocena wyników badań. Partię kwasów alkilobenzenosulfonowych należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań, podane w 5.1 są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii wysyłanego produktu wytwórca jest obowiązany dołączyć zaświadczenia o wynikach badań stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Przemysłowej.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-78/6026-74

- a) normą objęto wszystkie kwasy alkilobenzenosulfonowe,
- b) wprowadzono podział rodzaju S na dwa gatunki S_I i S_{II}, różniące się zawartością kwasu siarkowego,
- c) wprowadzono oznaczanie barwy kwasów alkilobenzenosulfonowych wg skali jodowej,
- d) dla oznaczania zawartości kwasów alkilobenzenosulfonowych zamiast metody — *p*-toluidynowej wg BN-64/6140-05 zastosowano metodę miareczkowania dwufazowego wg PN-77/C-04821.

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-82/C-04534/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie barwy produktów chemicznych za pomocą skali jodowej
- PN-77/C-04821 Środki powierzchniowo czynne. Oznaczanie zawartości substancji anionowo czynnej metodą miareczkowania dwufazowego
- PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200-EUR
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-83/N-03010 Statystyczna kontrola jakości. Losowy wybór jednostek produktu do próbk
- PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- BN-84/6069-29 Środki powierzchniowo czynne. Metody badań. Oznaczanie zawartości substancji ekstrahowanych eterem naftowym

BN-73/6411-03 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Bębny z poliolefin. Wymagania i badania

Biuletyn nr 1053 wyd. firmy Chemische Werke Hüls AG., sierpień 1979 Marlon AS, Alkylbenzenosulfonsäure

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 (RID) 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.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS). (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami

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.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF). (Dz. TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Symbol wg SWW — 1242-617.

5. Autorzy projektu normy — dr inż. Paweł Kikolski, inż. Henryka Kubiak.