

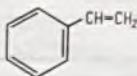
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Styren techniczny	6022-01
		Zamiast BN-66/6022-01
		Grupa katalogowa X 21

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 kauczuków 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).

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)

2.2. Odmiiany. 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 benzo- esowy (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 butylopirokatechina), % najwyżej	0,0005	0,0005
- w styrenie stabilizowanym stabilizatora TBC (p-III-rzędowa butylokatechina), %	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.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Styren techniczny należy dostarczać w suchych cysternach aluminiowych, emaliowanych, ze stali kwasoodpornej lub bębnach wg BN-69/5046-02 rodzaju 1, odmiany 5 o pojemności 200 dm³. Dopuszcza się stosowanie cystern ze zwyczajnej stali.

Cysterny i bębny należy napełniać do 97% pojemności.

Na każdym bębnie należy umieścić oznakowanie wykonane zgodnie z PN-67/0-79252 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 łatwo palnych wg PN-67/0-79252 p. 2.3.3,
- f) datę napełniania opakowania.

Na cysternach należy umieścić co najmniej oznaczenie wg poz. a), b) i e).

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 w cysternach lub w bębnach należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami dla transportu drogowego i kolejowego materiałów niebezpiecznych ¹⁾.

Styren zalicza się do klasy niebezpieczeństwa IIIa.

Należy zwracać opakowania całkowicie opróżnione i szczelnie zamknięte.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

5. BADANIA

5.1. Program badań. Dla 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 benzoesowy (C_6H_5CHO) (tabl. 1 poz. c),
- d) oznaczanie zawartości nadtlenków 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 zawartość najwyżej 100 bębnow.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować 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
do 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 cm^3 .

Próbki pierwotne z cystern i bębnow należy pobierać tylokrotnie, aż próbka ogólna będzie nie mniejsza niż 2000 cm^3 .

Próbki pierwotne należy zmieszać i z tak otrzymanej próbki ogólnej należy wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o objętości 1500 cm^3 .

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

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

- a) w ciągu 60 dni - styren stabilizowany,
- b) w ciągu 10 dni - styren niestabilizowany.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie barwy. Barwę próbki badanego styrenu należy oznaczyć przez porównanie ze skalą platynowo-kobaltowa wg BN-71/6022-02.

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

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

5.4.2.3. Odczynniki

- a) Chloroform cz.d.a.
- b) Chromosorb o granulacji $0,2 + 0,3 \text{ mm}$ (60 + 80 mesh) do chromatografii.
- c) Glikol polietylenowy 1500 lub 400 (Carbowax 1500 lub 400) do chromatografii.
- d) Azot sprężony wg PN-71/C-84912 gatunek I.
- e) Powietrze sprężone wg PN-74/C-84913.
- f) Toluen wzorzec do chromatografii. Dopuszcza się stosowanie toluenu cz.d.a.
- g) Wodór sprężony gatunek I wg PN-64/C-84908.

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

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

dla glikolu polietylenowego 1500 + 140°C,

dla glikolu polietylenowego 400 + 120°C

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

5.4.2.5. Warunki oznaczania. Przygotować chromatograf zgodnie z instrukcją obsługi aparatu. Oznaczanie prowadzi się w następujących warunkach:

a) Natężenie przepływu gazów:

	dla glikolu polietylenowego 1500	dla glikolu polietylenowego 400
- azotu (gazu nośnego)	50 cm ³ /min	35 + 45 cm ³ /min
- wodoru	50 cm ³ /min	40 cm ³ /min
- powietrza	500 cm ³ /min	400 cm ³ /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 cm³ (1 μl).

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

dla glikolu polietylenowego 1500		dla glikolu polietylenowego 400	
- niezidentyfikowany	- 0,80	- benzen	- 0,70
- toluen (wzorzec)	- 1,00	- toluen	- 1,00
- etylobenzen	- 1,42	- etylobenzen + p-ksylen	- 1,41
- o-, m -, p-ksylen	- 1,44	- m-ksylen	- 1,47
- n-propylobenzen	- 1,73	- kumen	- 1,69
- niezidentyfikowany	- 1,79	- o-ksylen	- 1,82
- kumen	- 2,03	- n-propylobenzen	- 1,96
- niezidentyfikowany	- 2,38	- niezidentyfikowany	- 2,13
- α-metylostyren	- 3,56	- α-metylostyren	- 3,42
- niezidentyfikowany	- 3,77	- niezidentyfikowany	- 4,01

5.4.2.7. Wykonanie oznaczenia. Do kolbki z doszlifowanym korkiem pojemności 100 cm³ odważyć 100 g badanego styrenu z dokładnością do 0,0002 g, następnie dodać 0,1 g toluenu (wzorzec wewnętrzny) odważonego z dokładnością do 0,0002 g. Zawartość kolby dokładnie wymieszać. Za pomocą mikrostrzykawki pobrać 0,001 cm³ (1 μl) 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 (wzorzec 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 o 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 benzoesowy (C_6H_5CHO).

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Błękit tymolowy, w roztworze alkoholowym wg PN-68/C-06501 p. 2.2.5.

b) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a. roztwór: 20 g chlorowodoru hydroksyloaminy rozpuścić w 1000 cm^3 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 oznaczenia. Do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 300 cm^3 odmierzyć pipetą 25 cm^3 metanolu, 25 cm^3 badanego styrenu, 0,2 cm^3 błękitu tymolowego i w razie potrzeby zobojętnić roztwór wodorotlenkiem sodowym lub kwasem solnym do pomarańczowego zabarwienia. Następnie dodać 25 cm^3 zobojętnionego roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy i odstawić.

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

Równolegle należy wykonać kontrolną próbkę z odczynnikiami użytymi do oznaczania.

Zawartość aldehydów w przeliczeniu na aldehyd benzoesowy (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, cm^3 ,

V_1 - objętość ściśle 0,05 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego na miareczkowanie próby kontrolnej, cm^3 ,

0,0053 - ilość aldehydu benzoesowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,05 N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

ρ_4^{20} - gęstość styrenu przyjmuje się za równą 0,906 g/cm^3 .

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 cm^3 wlać $300 + 400\text{ cm}^3$ wody i rozpuścić 35,11 g siarczanu żelazawo-amonowego cz.d.a. $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$, a następnie dodać 25 cm^3 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 cm^3 roztworu zawiera 0,005 g jonu Fe^{3+} .

5.4.4.2. Oznaczanie miana roztworu trójchlorku tytanu. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 odmierzyć 50 cm^3 wody destylowanej, 15 cm^3 kwasu solnego, 10 cm^3 roztworu rodanku amonowego i 10 cm^3 wzorcowego roztworu żelaza. Tak przygotowany roztwór miareczkować trójchlorkiem tytanu w atmosferze gazu obojętnego do zaniku różowego zabarwienia (biuretę wprowadzić głęboko do kolby).

Miano 0,02 N roztworu trójchlorku 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 nadtlenu wodoru,
 V - objętość roztworu trójchlorku tytanu potrzebna do miareczkowania 0,05 g jonu żelazowego zawartego w 10 cm^3 wzorcowego roztworu żelaza, cm^3 ,
 55,85 - masa atomowa żelaza.

5.4.4.3. Wykonanie oznaczenia. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 odmierzyć 100 cm^3 metanolu, 5 cm^3 roztworu rodanku amono-

wego, 2 cm³ kwasu siarkowego i 10 cm³ roztworu wzorcowego żelaza Fe³⁺. 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 trójchlorku tytanu do zaniku różowego zabarwienia (dodanej objętości roztworu trójchlorku 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 trójchlorkiem tytanu do zaniku różowego zabarwienia. Miareczkowanie prowadzić w atmosferze gazu obojętnego.

Zawartość nadtlenków (X₄) w przeliczeniu na nadtlenek wodoru (H₂O₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V_1 \cdot N \cdot 100}{25 \cdot \rho_4^{20}} \quad (6)$$

w którym:

- V₁ - objętość trójchlorku tytanu zużytego na miareczkowanie żelaza trójwartościowego (jonu żelaza powstającego pod działaniem nadtlenków zawartych w badanym styrenie), cm³,
 N - miano roztworu trójchlorku tytanu obliczone wg wzoru (5),
 ρ₄²⁰ - 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. Odozynniki

- Metanol cz.d.a. - odwodniony.
- Polistyren - perełki polistyrenu nie zawierające plastyfikatora.
- Styren czysty - wolny od polimerów.
- 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

- Wzorzec o zawartości polimeru 0,0025% (roztwór B-25). Odmie-

rzyć 5 cm³ roztworu A i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Kolbę uzupełnić styrenem do kreski i wymieszać.

b) Wzorzec 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. Oznaczanie zawartości stabilizatora TBC (p-III-rzędowa butylopirokatechyna)

5.4.6.1. Aparaty i przyrządy

- a) Fotokolorymetr.
- b) Kuweta grubości 10 mm.
- c) 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 krzywej wzorcowej. Do kolbek pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć przy pomocy mikrobiurety: 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 dopeźnić 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 kувety 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 oznaczenia. 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 kувety 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

- a) Amoniak, roztwór 20-procentowy.
- b) Styren cz., niestabilizowany.
- c) 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 dopeźnić 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 biuretą 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/H-02120 (Metoda Z).

5.6. Zaświadczenie o jakości. Dla każdej partii produktu usnanej 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) zaostorzono 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.

Norma ZN-68/MPCh/SCh-357 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1976 r.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek
- PN-68/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych
- PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-61/C-84809 Wodór sprężony techniczny
- PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny
- PN-74/C-84913 Powietrze sprężone
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- EN-69/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie
- EN-71/6020-02 Oznaczanie barwy produktów organicznych
- Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz.T. i Z.K. Nr 20 poz. 84 z 1968 r.)
- Rozporządzenie Ministra Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U. Nr 35 z 1971 r. poz. 310)
- Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej stanowiące załącznik 4 do Umowy SMGS (Dz.T. i Z.K. Nr 7 z 1968 r. poz. 35)
- Regulamin międzynarodowy dla przewozu koleją towarów niebezpiecznych (RID) stanowiący załącznik 1 do konwencji CIM (Dz.U. Nr 21 poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.)

4. Normy zagraniczne

- Bułgaria 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 ρ_4^{20} 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%.

BG PW
BN. 005001



4000000343356