

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA		BN-73 6193-45
	Odczynniki Butanol-1		
			Grupa katalogowa X 52 <sup>1)</sup>

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest normalny pierwszorzędowy butanol stosowany jako odczynnik chemiczny.

Butanol ma:

- wzór sumaryczny  $C_4H_{10}O$ ,
- wzór budowy  $CH_3-CH_2-CH_2-CH_2-OH$ ,
- masę cząsteczkową 74,12 (1961),
- inną nazwę — alkohol *n*-butylowy.

### 1.2. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

PN-65/C-04086 Przetwory naftowe. Oznaczanie zawartości wody metodą Fischera

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

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

PN-64/C-79021 System wymiarowy opakowań

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

BN-65/6831-13 Opakowania szklane artykułów chemicznych. Butelki typu POCH

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki butanolu oznaczone:

- cz.d.a. — czysty do analizy (pro analysi),  
cz. — czysty (purum).

**2.2. Przykład oznaczenia** butanolu czystego do analizy:

BUTANOL-1 cz.d.a. BN-73/6193-45

<sup>1)</sup> Symbole wg SWW: dla cz.d.a. 1331-111, dla cz. 1331-429.

## 3. WYMAGANIA

### Wymagania fizykochemiczne — wg tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Wygląd	ciecz bezbarwna, przezroczysta, bez zanieczyszczeń mechanicznych, bez śladów zmętnienia	
b) Gęstość, $\rho$ , g/cm <sup>3</sup>	0,8100 ÷ 0,8110	0,8090 ÷ 0,8110
c) Butanolu-1, %, co najmniej	99,5	99,0
d) Kwasów w przeliczeniu na kwas octowy (CH <sub>3</sub> COOH), %, nie więcej	0,0025	0,0040
e) Aldehydów i ketonów w przeliczeniu na aldehyd masłowy (C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> CHO), %, nie więcej niż	0,03	0,07
f) Wody, %, nie więcej niż	0,1	0,2
g) Pozostałości po odparowaniu, %, nie więcej niż	0,0015	0,0020

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Odczynnik butanol-1 należy dostarczać w butelkach ze szkła oranżowego wg BN-65/6831-13 po 250, 500 i 1000 g z tolerancją dla masy  $\pm 1\%$ . Butelki należy zamykać korkami z drzewa korkowego owiniętymi w tofian lub korkami polietylenowymi i zabezpieczać nakrętkami z tworzywa sztucznego. Zamknięcia powinny być szczelne.

Opakowania jednostkowe należy oznakować wg PN-70/C-80001 p. 4. Na nalepkach należy umieścić czerwony pasek z napisem ostrzegawczym „Łatwo palny” oraz oznaczenie klasy towaru „IIIa”. Sposób umieszczania znaków wg PN-70/C-80001 p. 4.2.3.1.

Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA

Ustanowiona przez Dyrektora Naczelnego Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA dnia 24 listopada 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1974 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 23/1974 poz. 73)

Butelki napełnione odczynnikami butanolem-1 należy pakować do opakowań transportowych (wysyłkowych) wg PN-70/C-80001 p. 3.3.6. Na opakowaniach transportowych należy umieścić co najmniej:

- a) oznaczenie wg 2.2,
- b) znak ostrzegawczy dla materiałów łatwo palnych wg PN-67/O-79252 p. 2.3.3,
- c) znaki manipulacyjne wg PN-67/O-79252 p. 2.4.1 i 2.4.3.

Dopuszcza się inne opakowania i inne zamknięcia po uprzednim uzgodnieniu między dostawcą i odbiorcą odczynnika, lecz powinny one zabezpieczać produkt w stopniu co najmniej takim samym, jak podano i powinny mieć wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego wg PN-64/O-79021.

**4.2. Przechowywanie** — wg PN-70/C-80001 p. 5.

**4.3. Transport** — wg PN-70/C-80001 p.6.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wyglądu,
- b) oznaczanie gęstości,
- c) oznaczanie zawartości butanolu-1,
- d) oznaczanie zawartości kwasów,
- e) oznaczanie zawartości aldehydów i ketonów w przeliczeniu na aldehyd masłowy,
- f) oznaczanie zawartości wody,
- g) oznaczanie pozostałości po odparowaniu.

**5.2. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek dla obydwu gatunków stosować postanowienia PN-70/C-80047, przy czym w przypadku opakowań o masie 250 i 500 g należy całą zawartość tych opakowań traktować jako próbki pierwotne.

Do pobierania próbek wybrać taką liczbę opakowań, aby średnia próbka laboratoryjna nie była mniejsza niż 2500 cm<sup>3</sup>.

Średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie części, z których jedną przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej w ciągu 3 miesięcy, a w przypadku eksportu w ciągu 6 miesięcy.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Sprawdzanie wyglądu.** Do cylindra z bezbarwnego szkła o średnicy wewnętrznej 20 mm wlać tyle badanego butanolu, aby wysokość słupa cieczy wynosiła 100 mm. Próbkę oglądać w świetle dziennym nieuzbrojonym okiem wzdłuż osi cylindra na białym tle.

Oglądana próbka powinna być przezroczysta, bezbarwna i nie zawierać zanieczyszczeń mechanicznych.

**5.3.2. Oznaczanie gęstości** wykonać piknometrem wg PN-66/C-04004.

### 5.3.3. Oznaczanie zawartości butanolu-1 metodą chromatografii gazowej

**5.3.3.1. Zasada oznaczania.** Zawartość butanolu-1 oznacza się przez odjęcie od 100-procentowej zawartości butanolu sumy zanieczyszczeń oznaczonych metodą chromatografii gazowej.

#### 5.3.3.2. Aparatura

a) Chromatograf z detektorem płomieniowo-jonizującym.

b) Mikrostrzykawka o działce elementarnej nie większej niż 0,2 mikrolitra (0,0002 cm<sup>3</sup>).

#### 5.3.3.3. Odczynniki

a) Aceton cz.d.a.

b) Alkohol *n*-amyłowy cz.d.a.

c) Azot.

d) Glikol polietylenowy 1500 do chromatografii gazowej.

e) Nośnik — Chromosorb W silanizowany lub ziemia krzemkowa o granulacji 0,2 ÷ 0,3 mm. W przypadku stosowania jako nośnika ziemi krzemkowej, należy usunąć drobne frakcje ziemi krzemkowej przez kilkakrotną dekantację wodą destylowaną. Następnie wysuszyć do stałej masy w temperaturze 150°C. Po ochłodzeniu należy przesiać przez sito — zbierając frakcję o ziarnie 0,2 ÷ 0,3 mm. Odebraną frakcję prażyć w piecu mufowym o temperaturze 250°C w ciągu około 4 godz.

f) Wodór.

**5.3.3.4. Przygotowanie wypełnienia.** Wypełnienie przygotować przez naniesienie 10% wag. glikolu polietylenowego na nośnik. W tym celu należy rozpuścić w parownicy odważoną ilość glikolu polietylenowego w około 200 cm<sup>3</sup> acetonu. Po całkowitym rozpuszczeniu się glikolu polietylenowego należy wprowadzić do parownicy uprzednio przygotowany i odważony nośnik. Parownicę wraz z zawartością umieścić na łaźni o temperaturze 40 ÷ 55°C i ostrożnie mieszać. Utrzymywać na łaźni do całkowitego odparowania acetonu. Następnie tak przygotowane wypełnienie, wygrzewać w temperaturze 120°C w ciągu 5 godz i napełnić nim kolumnę. Wypełnioną kolumnę umieścić w termostacie i wygrzewać w temperaturze 150°C w ciągu 24 godz przy równoczesnym przedmuchiwaniu azotem z szybkością 3 ÷ 4 dm<sup>3</sup>/h.

**5.3.3.5. Warunki oznaczania.** Przygotowanie chromatografu przeprowadzić zgodnie z instrukcją obsługi chromatografu:

a) temperatura kolumny chromatograficznej 80°C, detektora 150°C, dozownika 180°C,

b) długość kolumny 3 ÷ 4 m, średnica wnętrza 3 ÷ 4 mm,

c) szybkość przepływu azotu (gazu nośnego) — 40 cm<sup>3</sup>/min, wodoru (gazu pełnego) — 33 cm<sup>3</sup>/min, powietrza (gazu utleniającego) — 300 cm<sup>3</sup>/min,

d) czas retencji butanolu-1 około 2 min, wzorca wewnętrznego około 3 min.

**5.3.3.6. Wykonanie oznaczania.** W kolbie z doszlifowanym korkiem pojemności 200 cm<sup>3</sup> odważyć około 20 g butanolu-1 z dokładnością do 0,0002 g, następnie dodać około 0,1 g glikolu *n*-amyłowego (wzorca wewnętrznego), odważonego z tą samą dokładnością i dokładnie wymieszać.

Dawkować próbkę w ilości 0,5 — 1 mikrolitra (0,0005 ÷ 0,001 cm<sup>3</sup>).

Chromatogram wykonać w warunkach wg 5.3.3.5.

Wysokość piku wzorca wewnętrznego alkoholu *n*-amyłowego powinna wynosić około połowy skali rejestratora wewnętrznego oraz wszystkich zanieczyszczeń.

Sumaryczną zawartość zanieczyszczeń ( $C_n$ ) obliczyć w procentach wagowych wg uproszczonego wzoru

$$C_n = \frac{G_w \cdot S_n \cdot 100}{G_p \cdot S_w} \quad (1)$$

w którym:

$G_w$  — masa wzorca wewnętrznego, g,

$S_n$  — suma powierzchni pików zanieczyszczeń, cm<sup>2</sup>,

$G_p$  — masa próbki badanego butanolu-1, g,

$S_w$  — powierzchnia piku wzorca wewnętrznego, cm<sup>2</sup>.

Zawartość butanolu-1 ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = 100 - (C_n + A) \quad (2)$$

w którym:

$C_n$  — sumaryczna zawartość zanieczyszczeń obliczona wg wzoru (1), ‰,

$A$  — zawartość wody w butanolu-1 oznaczona wg 5.3.6.

**5.3.3.7. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą o więcej niż 20‰ wyniku wyższego sumy zanieczyszczeń.

### 5.3.4. Oznaczanie zawartości kwasów

#### 5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy cz. 96-procentowy.

b) Fenoloftaleina (wskaźnik), roztwór alkoholowy. 0,5 g fenoloftaleiny rozpuścić w 90 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego, dodać roztworu wodorotlenku sodowego do uzyskania różowego zabarwienia i dopełnić wodą do objętości 100 cm<sup>3</sup>.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** Do kolby stożkowej pojemności 300 cm<sup>3</sup> wlać 50 cm<sup>3</sup> alkoholu

etylowego, 3 ÷ 5 kropli fenoloftaleiny, zobojętnić, odmierzyć 100 cm<sup>3</sup> badanego butanolu-1 i dokładnie wymieszać. Następnie miareczkować z mikrobiurety roztworem wodorotlenku sodowego. Zawartość kwasów w przeliczeniu na kwas octowy ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0,006 \cdot 100}{100 \cdot \rho} \quad (3)$$

w którym:

$V_1$  — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm<sup>3</sup>,

0,006 — ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> 0,1n wodorotlenku sodowego, g,

$\rho$  — gęstość butanolu oznaczona wg 5.3.2.

**5.3.4.3. Wynik.** Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,0005 wartości bezwzględnej.

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości aldehydów i ketonów w przeliczeniu na aldehyd masłowy

#### 5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy cz. 96-procentowy.

b) Błękit bromofenolowy: 0,2 g błękitu bromofenolowego rozpuścić w 3 cm<sup>3</sup> 0,1n wodorotlenku sodowego i rozcieńczyć alkoholem etylowym do 100 cm<sup>3</sup>.

c) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a.: 4 g chlorowodoru hydroksyloaminy rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, uzupełnić alkoholem etylowym do objętości 200 cm<sup>3</sup> i ogrzewać na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną w ciągu 30 min. Następnie ochłodzić, dodać 5 cm<sup>3</sup> wskaźnika oraz tyle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, aby otrzymać zielone zabarwienie cieczy,

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** Do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 200 cm<sup>3</sup> odmierzyć 25 cm<sup>3</sup> chlorowodoru hydroksyloaminy, 25 cm<sup>3</sup> badanego butanolu-1. Wymieszać i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na wrzącej łaźni w ciągu 15 min. Następnie ochłodzić i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do otrzymania zielonego zabarwienia zgodnie z wzorcem przygotowanym w taki sam sposób i zawierającym 25 cm<sup>3</sup> chlorowodoru hydroksyloaminy i 25 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego.

Zawartość aldehydów i ketonów w przeliczeniu na aldehyd masłowy ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_2 \cdot 0,0072 \cdot 100}{25 \cdot \rho} \quad (4)$$

w którym:

$V_2$  — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do miarecz-

kowania próbki badanego butanolu-1,  $\text{cm}^3$ ,

0,0072 — ilość aldehydu masłowego odpowiadająca  $1 \text{ cm}^3$  ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g,

$\rho$  — gęstość badanego butanolu-1 oznaczona wg 5.3.2,  $\text{g/cm}^3$ .

**5.3.5.3. Wynik.** Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,005 wartości bezwzględnej.

**5.3.6. Oznaczanie zawartości wody** — wg PN-65/C-04086 metodą bezpośrednią.

**5.3.7. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu.** Odmierzyć  $100 \text{ cm}^3$  badanego butanolu-1 i odparowywać porcjami w parownicy kwarcowej lub ze szkła krzemianowego, lub borokrzemianowego pojemności  $100 \text{ cm}^3$  na łaźni wodnej. Pozostałość po odparowaniu suszyć w temperaturze  $105 \pm 2^\circ\text{C}$

do stałej masy. Pierwsze ważenie wykonać po pierwszej godzinie suszenia.

Zawartość suchej pozostałości  $X_4$  obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m \cdot 100}{100 \cdot \rho} = \frac{m}{\rho} \quad (5)$$

w którym:

$m$  — masa suchej pozostałości po odparowaniu, g,

$\rho$  — gęstość badanego butanolu-1 oznaczona wg 5.3.2,  $\text{g/cm}^3$ .

**5.3.8. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,0005 wartości bezwzględnej.

**5.4. Interpretacja wyników.** Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 metoda Z.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6193-45

**1. Dotychczasowe normy.** Niniejsza norma zastępuje ZN-69/MPCh/SCh-388.

**2. Zalecenia międzynarodowe.** Norma częściowo zgodna z Zaleceniem RWPG PC 1747-69. Różnice w normie w stosunku do Zalecenia dotyczą:

a) zaostrzenia wymagań,

b) wprowadzenia oznaczania głównego składnika metodą chromatografii gazowej, zamiast oznaczania destylacji,

c) niewprowadzenia oznaczania współczynnika załamania światła oraz oznaczania gęstości piknometrem,

d) wprowadzenia dodatkowego oznaczania zawartości aldehydów i ketonów.