

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki	6193-59
	2-Etyloheksanol-1	Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest 2-etyloheksanol-1, stosowany jako odczynnik.

2-Etyloheksanol-1 ma:

- wzór ogólny — $C_8H_{17}OH$,
- wzór budowy — $CH_3-CH_2-CH_2-CH_2-CH(C_2H_5)-CH_2OH$,
- masę cząsteczkową — 130,23 (1961),
- inną nazwę — izooktanol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki 2-etyloheksanolu-1 oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia 2-etyloheksanolu-1 czystego:

2-ETYLOHEKSANOL-1 cz. BN-75/6193-59

3. WYMAGANIA

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Wygląd	ciecz przezroczysta, bez zanieczyszczeń mechanicznych	
b) Gęstość ρ_4^{20} g/cm ³	0,8320 ÷ 0,8330	
c) Destylacja — co najmniej 95% objętości powinno przedestylować w granicach temperatur, °C	184 ÷ 185	184 ÷ 185,5
d) Współczynnik załamania światła n_D^{20}	1,4310 ÷ 1,4330	
e) Aldehydów w przeliczeniu na 2-etyloheksanol-1, %, nie więcej niż	0,04	0,06
f) Kwasowość w przeliczeniu na kwas octowy, %, nie więcej niż	0,004	0,006
g) Wody, %, nie więcej niż	0,04	0,08
h) Suchej pozostałości, %, nie więcej niż	0,002	0,005

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. 2-Etyloheksanol-1 należy dostarczać w butelkach wg BN-65/6831-13 pojemności 1000 cm³ oraz w balonach szklanych wg PN-62/G-79090 pojemności 60 dm³ umieszczonych w koszach wg BN-72/7167-04 z kapturami wg BN-72/7167-05.

Butelki należy zamykać uszczelkami polietylenowymi i zabezpieczać nakrętkami z tworzywa sztucznego. Dopuszcza się stosowanie korków z drewna korkowego, owiniętych tomofanem lub folią polietylenową.

Balony szklane należy zamykać korkami z drewna korkowego, owiniętymi tomofanem lub folią polietylenową. Zamknięcia powinny być szczelne.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowania i zamknięcia z tym zastrzeżeniem, że powinno ono zabezpieczać produkt w stopniu co najmniej równym jak wymienione i być zgodne z szeregiem wymiarowym wg PN-64/O-79021.

Opakowania jednostkowe należy znakować wg PN-70/C-80001 p. 4.

Na nalepkach należy umieścić czerwony pasek z napisem „Łatwo palny” oraz oznaczenie klasy niebezpieczeństwa „III a”. Sposób umieszczania znaków powinien być zgodny z PN-70/C-80001 p. 4.2.3.

Butelki należy pakować do opakowań transportowych, zabezpieczając zgodnie z PN-70/C-80001 p. 3.3.6.

Na opakowaniach transportowych należy umieścić co najmniej:

- oznaczenie wg 2.2,
- znak niebezpieczeństwa dla materiałów łatwo palnych wg PN-67/O-79252 p. 2.3.3.

4.2. Przechowywanie. Odczynnik należy przechowywać wg PN-70/C-80001 p. 5.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA
dnia 3 stycznia 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu
od dnia 1 października 1975 r. (Dz. Norm. i Miar nr 4/1975 poz. 11)

4.3. Transport. Odczynnik należy przewozić wg PN-70/C-80001 p. 6 krytymi środkami transportu kolejowego i samochodowego zgodnie z przepisami o przewozie materiałów i przedmiotów niebezpiecznych¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować postanowienia PN-70/C-80047.

Do pobierania próbek należy wybrać taką liczbę opakowań, aby średnia próba laboratoryjna nie była mniejsza niż 2500 cm³.

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

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Sprawdzanie wyglądu. Do cylindra z bezbarwnego szkła o średnicy 20 mm należy wlać tyle badanego odczynnika, aby wysokość słupa cieczy wynosiła 100 mm.

Próbkę należy oglądać w świetle dziennym, nieuzbrojonym okiem, wzdłuż osi cylindra na białym tle.

5.2.2. Oznaczanie gęstości należy wykonać piknometrem wg PN-66/C-04004.

5.2.3. Destylacja. Destylację należy wykonać wg PN-69/C-04512. Stosować termometr z działką elementarną co 0,1°C. Zanotować objętość produktu destylującego:

dla cz.d.a. w granicach 184÷185°C,

dla cz. w granicach 184÷185,5°C, przy ciśnieniu 760 mm słupa Hg.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,2°C.

5.2.4. Oznaczanie współczynnika załamania światła wykonać refraktometrem umożliwiającym dokładność pomiaru do 0,0001.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń.

5.2.5. Oznaczanie zawartości aldehydów w przeliczeniu na 2-etyloheksanol-1

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy cz.d.a.

b) Błękit bromofenolowy, roztwór alkoholowy: 0,2 g błękitu bromofenolowego rozpuścić w 3 cm³ 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego i rozcieńczyć alkoholem etylowym do 100 cm³.

c) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a., roztwór alkoholowy: 4 g chlorowodoru hydroksylo-

aminy rozpuścić w 20 cm³ wody destylowanej. Roztwór ten rozcieńczyć alkoholem etylowym do 200 cm³ i ogrzewać na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną w ciągu 30 min, ochłodzić, dodać 2,5 cm³ roztworu błękitu bromofenolowego i tyle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego aż otrzyma się zielone zabarwienie cieczy.

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

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej ze szlifem pojemności 200 cm³ należy odmierzyć 25 cm³ chlorowodoru hydroksyloaminy dodać 25 cm³ badanej próbki, wymieszać i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 30 min. Następnie ochłodzić, przenieść do cylindra pojemności 100 cm³ i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do otrzymania zielonego zabarwienia zgodnie z wzorcem. Wzorzec sporządzić w następujący sposób: 25 cm³ chlorowodoru hydroksyloaminy i 25 cm³ alkoholu etylowego ogrzać na łaźni wodnej podobnie jak badaną próbkę.

Zawartość aldehydów w przeliczeniu na 2-etyloheksanol-1 (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0128 \cdot 100}{25 \cdot \rho_4^{20}} \quad (1)$$

w którym:

- V — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta na miareczkowanie badanej próbki, cm³,
- 0,0128 — ilość 2-etyloheksanolu-1, odpowiadająca 1 cm³ 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g,
- ρ_4^{20} — gęstość 2-etyloheksanolu-1 oznaczona wg 5.2.2.

5.2.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,01 wartości bezwzględnej.

5.2.6. Oznaczanie zawartości kwasów w przeliczeniu na kwas octowy

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy cz.d.a.

b) Fenoloftaleina roztwór alkoholowy: 1 g fenoloftaleiny rozpuścić w 90 cm³ alkoholu etylowego, dodać roztworu wodorotlenku sodowego do uzyskania różowego zabarwienia i dopełnić wodą do 100 cm³.

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

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ należy odmierzyć 100 cm³ badanej próbki, dodać 50 cm³ alkoholu etylowego uprzednio zubożonego wobec fenoloftaleiny. Następnie dodać 3÷5 kropel fenoloftaleiny i miareczkować z mikrobiurety roztworem wodorotlenku sodowego.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zawartość kwasów w przeliczeniu na kwas octowy (X_2) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,006 \cdot 100}{100 \cdot \rho_4^{20}} \quad (2)$$

w którym:

- V — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do zmiareczkowania próbki, cm^3 ,
 0,006 — ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 cm^3 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g,
 ρ_4^{20} — gęstość 2-etyloheksanolu-1 oznaczona wg 5.2.2.

5.2.6.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,002 wartości bezwzględnej.

5.2.7. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać wg PN-65/C-04086 p. 2.6.2 lub BN-67/6020-01.

5.2.8. Oznaczanie zawartości suchej pozostałości.

Do parowniczkowej kwarcowej uprzednio wysuszonej do stałej masy należy odważyć 50 g ($41,5 \text{ cm}^3$) badanej próbki z dokładnością do 0,0002 g. Odparować do sucha na łaźni piaskowej. Pozostałość suszyć w temperaturze $105 \pm 2^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Suchą pozostałość (X_3) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

- m_1 — sucha pozostałość, g,
 m — odważka badanej próbki, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 20% ich średniej arytmetycznej.

5.3. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2 (metoda Z).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne OŚWIĘCIM w Oświęcimiu.

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-69/C-04512 Produkty organiczne. Oznaczanie granic temperatur wrzenia
 PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
 PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej
 PN-62/G-79090 Balony szklane. Wymagania i badania techniczne
 PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
 PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań
 PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
 BN-67/6020-01 Potencjometryczne oznaczenie zawartości wody w związkach organicznych odczynnikiem van der Meulena
 BN-65/6831-13 Opakowania szklane artykułów chemicznych. Butelki typu POCH

BN-72/7167-04 Opakowania transportowe. Kosze wiklinowe do balonów szklanych

BN-72/7167-05 Opakowania transportowe. Kaptury wiklinowe do balonów szklanych w koszach

3. Przepisy o przewozie materiałów i przedmiotów niebezpiecznych

Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz.T. i ZK nr 20 poz. 84)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w Międzynarodowej komunikacji Kolejowej — załącznik 4 (SMGS) (Dz.T. i Z.K. z 1966 r. nr 7 poz. 35)

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 35/71 poz. 310)

Obwieszczenia Ministra Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 1 września 1972 r. w sprawie zatwierdzenia szczegółowych przepisów bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.T. i Z.K. nr 26 z 1972 r. poz. 115)

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej (Załącznik 10 do art. 27, ust. 3 DKP)

4. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-65/MPCH/Sch-235.