

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Eter fenylowy	6026-57
		Grupa katalogowa X 21 <sup>1)</sup>

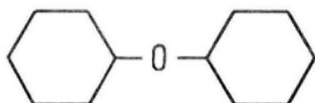
1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest eter fenylowy techniczny, otrzymywany przy produkcji syntetycznego fenolu metodą wysokociśnieniową, oraz eter fenylowy oczyszczony otrzymywany przez krystalizację produktu technicznego z metanolu.

Eter fenylowy ma:

a) wzór sumaryczny  $C_{12}H_{10}O$ ,

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 170,2 (1965),

d) nazwę systematyczną - fenaksybenzen.

**1.2. Zastosowanie.** Eter fenylowy jest stosowany:

- jako środek zapachowy w przemyśle perfumeryjnym i kosmetycznym - odmiana A,
- jako składnik nośnika ciepła (tzn. dowther A) - odmiana B.

1.3. Normy związane

- PN-65/C-04086 Przetwory naftowe. Oznaczanie zawartości wody metodą Fischera
- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-69/C-04512 Produkty organiczne. Oznaczanie granic temperatur wrzenia
- PN/C-04514 Oznaczanie temperatury krzepnięcia substancji organicznych
- PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych
- PN-67/C-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi

<sup>1)</sup> Symbole wg SWW: 1242-153 dla odmiany B,  
1249-167 dla odmiany A.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE2.1. Podział

**2.1.1. Odmiany.** W zależności od jakości i zastosowania rozróżnia się dwie odmiany oznaczone:

- A - eter fenylowy oczyszczony,
- B - eter fenylowy techniczny.

**2.1.2. Gatunki.** W odmianie B rozróżnia się dwa gatunki oznaczone kolejnymi cyframi rzymskimi I i II.

**2.2. Przykład oznaczenia** eteru fenylowego technicznego, gatunku I:

ETER FENYLOWY B I BN-72/6026-57  
SWW 1242-153

3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania chemiczne i fizyczne - wg tabl. 1.**

Tablica 1

Wymagania	Odmiana		
	A	B	
		I	II
a) Wygląd zewnętrzny	kryształy wolne od zanieczyszczeń mechanicznych, bezbarwne	w zależności od temperatury ciecz przezroczysta, mieszanina cieczy i kryształów lub zwarta masa kryształiczna wolna od zanieczyszczeń mechanicznych, bezbarwna lub jasnożółta	
b) Zapach	liściasto-kwiatowy, po rozcięczeniu geraniowo-różany	nie normalizuje się	
c) Temperatura krzepnięcia nie niższa niż, °C	26,5	26	24,5
d) Destylacja: w granicach temperatur 253±260°C powinno przedestylować, % obj., co najmniej	nie normalizuje się	97	95

Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia”

Ustanowiona przez Dyrektora Naczelnego Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia” dnia 4 grudnia 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1973 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 5/1973 poz. 12)

cd. tabl. 1

Wymagania	Odmiana		
	A	B	
		I	II
e) Suchej pozostałości, najwyżej	nie normalizuje się	0,01	0,05
f) Wody, %, najwyżej	nie normalizuje się	0,02	0,03
g) Fenolu, %, najwyżej	nie zawiera	0,1	0,3
h) Rozpuszczalność w 90-procentowym alkoholu etylowym	całkowita	nie normalizuje się	

**3.2. Trwałość.** Eter fenyłowy odmiany A jest trwały w ciągu nie więcej niż 6 miesięcy, natomiast odmiany B - 8 miesięcy, licząc od daty produkcji.

#### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Eter fenyłowy należy dostarczać w bębnach stalowych ocynkowanych wg BN-69/5046-03 podtyp 1, rodzaj 1, pojemności 200 dm<sup>3</sup>. Dla odmiany B dopuszcza się stosowanie cystern stalowych zaopatrzonych w węzownice grzejne. Opakowania należy uzupełniać do 95% pojemności. Opakowanie należy przed napełnieniem dokładnie osuszyć.

Na każdym bębnie należy umieścić oznakowanie wykonane wg PN-67/0-79252 i zawierające co najmniej:

- nazwę zakładu produkującego,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- datę produkcji,
- znak niebezpieczeństwa dla materiałów łatwo palnych wg PN-67/C-79252 p. 2.3.3,
- napis ostrzegawczy "Ostrożnie, środek szkodliwy", wykonany czerwonymi literami na białym tle.

Na cysternie należy umieścić oznakowanie co najmniej wg a), b), c), f). Pakowanie i znakowanie produktu przeznaczonego na eksport należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

**4.2. Przechowywanie.** Eter fenyłowy należy przechowywać w zamkniętych zbiornikach stalowych lub bębnach wg 4.1, w pomieszczeniach suchych z dala od środków żywnościowych. Bębny z eterem fenyłowym należy przechowywać w jednej warstwie.

**4.3. Transport.** Eter fenyłowy w bębnach należy przewozić krytymi środkami transportowymi, zgodnie z obowiązującymi przepisami z określeniem klasy niebezpieczeństwa<sup>1)</sup>. Bębny w środku transportowym należy ustawiać ściśle obok siebie w jednej warstwie otworami do góry tak, aby tworzyły zwartą całość i zabezpieczyć je przed przesuwaniem się i przetoczeniem. Dopuszcza się przewóz drobnicą z zakazem przewozu ze środkami żywnościowymi.

## 5. BADANIA

5.1. Program badań podano w tabl. 2

Tablica 2

Wymagania	Grupy badań			
	Odmiana A		Odmiana B	
	pełne	niepełne	pełne	niepełne
a) Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego	+	+	+	+
b) Sprawdzenie zapachu	+	+		
c) Oznaczanie temperatury krzepnięcia	+	+	+	+
d) Wykonanie destylacji			+	+
e) Oznaczanie zawartości suchej pozostałości			+	+
f) Oznaczanie zawartości wody			+	
g) Oznaczanie zawartości fenoli	+		+	
h) Oznaczanie rozpuszczalności w 90-procentowym etanolu	+	+		

Znak + oznacza obowiązek przeprowadzania badań.  
Badania pełne przeprowadza się na żądanie odbiorcy.  
Badania niepełne należy przeprowadzić dla każdej partii.

**5.2. Wielkość partii.** Za partię produktu należy uznać zawartość najwyżej 100 bębnów lub zawartość jednej cysterny.

**5.3. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować ogólne zasady podane w PN-67/C-04500. Próbkę należy pobierać z każdej cysterny. W przypadku produktu w bębnach, w zależności od liczności partii, należy pobrać do badań w sposób losowy przypadkowy liczbę opakowań wg tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy pobrać do pobierania próbek
do 3	wszystkie
4 ÷ 5	3
6 ÷ 25	5
26 ÷ 63	7
64 ÷ 100	9

Przed pobraniem próbek zawartość opakowania należy podgrzać aż do całkowitego stopnienia produktu i dobrze wymieszać. Próbkę należy pobierać zgłębnikiem nr 1 wg PN/C-60008 z całej grubości warstwy. Wielkość próbki pierwotnej uzależniona jest od pojemności zgłębnika. Próbkę ogólną dla A powinna wynosić nie mniej niż 200 cm<sup>3</sup>, a dla odmiany B nie mniej niż 1500 cm<sup>3</sup>. Jeżeli objętość próbki ogólnej jest mniejsza niż podano, należy odpowiednio zwiększyć liczbę próbek pierwotnych. Próbkę ogólną należy podzielić na dwie części, z których jedną należy przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej w ciągu 6 tygodni, a w przypadku eksportu - w ciągu 6 miesięcy od daty wysyłki.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe.

#### 5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie postaci i barwy. Eter fenylowy odmiany A należy umieścić w probówce ze szkła bezbarwnego o średnicy 15 cm i oglądać w świetle przechodzącym. Sprawdzanie postaci i barwy należy wykonać w temperaturze poniżej 25°C. Postać i barwę eteru fenylowego odmiany B należy sprawdzić na próbkę pobranej do destylacji.

5.4.2. Określanie zapachu. Pasek z bibuły filtracyjnej o szerokości 0,5 ÷ 1 cm i długości 15 cm zwilżyć na długości 1,5 cm w roztopionym eterze fenylowym i sprawdzić zapach.

5.4.3. Oznaczanie temperatury krzepnięcia należy wykonać wg PN/C-04514, bez suszenia produktu.

5.4.4. Destylacja. Destylację należy wykonać wg PN-69/C-04512 stosując chłodnicę powietrzną o długości 800 mm i średnicy wewnętrznej 17 ± 1 mm. Próbkę do destylacji należy odmierzyć w temperaturze 30°C.

5.4.5. Oznaczanie suchej pozostałości. Do parownicy porcelanowej, kwarcowej lub ze szkła borokrzemianowego o średnicy około 75 mm, wysuszonej uprzednio w temperaturze 105 ± 2°C do stałej masy, odmierzyć 100 cm<sup>3</sup> badanego eteru fenylowego uprzednio stopionego i wymieszanego o temperaturze 30°C.

Parowniczkę wraz z eterem fenylowym ogrzewać na łaźni piaskowej lub powietrznej pod wyciągiem do całkowitego odparowania, a następnie suszyć w temperaturze 105 ± 2°C do stałej masy. Pierwsze ważenie wykonać po 2 godz suszenia z dokładnością 0,0002 g.

Zawartość suchej pozostałości ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{V \cdot \rho} \quad (1)$$

w którym:

- $m$  - masa pozostałości, g,
- $V$  - objętość próbki badanego eteru fenylowego, cm<sup>3</sup>,
- $\rho$  - gęstość eteru fenylowego (w temperaturze 30°C = 1,0611 g/cm<sup>3</sup>).

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników nie różniących się między sobą więcej niż o 0,002 wartości bezwzględnej.

5.4.6. Oznaczanie zawartości wody wykonać wg PN-65/C-04086 p. 2.6.2. Podaną próbkę o temperaturze 30°C należy odmierzyć strzykawką lekarską pojemności 10 cm<sup>3</sup>. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,002 wartości bezwzględnej.

5.4.7. Oznaczanie zawartości fenolu metodą chromatograficzną

5.4.7.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na rozdzieleniu poszczególnych składników próbki badanego eteru fenylowego w kolumnie chromatogra-

ficznej, przetworzeniu informacji w detektorze na impulsy elektryczne, a następnie zarejestrowaniu tych impulsów na taśmie papierowej w postaci chromatografu, pozwalającego obliczyć procentową zawartość składników.

#### 5.4.7.2. Aparatura

- a) Chromatograf z detektorem płomieniowo-jonizującym.
- b) Kolumna chromatograficzna długości około 2 m i średnicy 3 ÷ 5 mm.
- c) Mikrostrzykawka.

#### 5.4.7.3. Odczynniki

- a) Chromosorb W o rozdrobnieniu 0,2 ÷ 0,3 mm (60 - 80 mesh); dopuszcza się stosowanie chloro-silanizowanego chromosorbu W.
- b) Alkohol *n*-oktylowy cz.d.a.
- c) Apiezon L lub M do chromatografii.
- d) Gaz nośny - azot.
- e) Toluen cz.d.a.

5.4.7.4. Przygotowanie wypełnienia kolumny chromatograficznej. Chromosorb W wysuszyć w temperaturze 150°C, a następnie odważyć z dokładnością do 0,01 g w ilości potrzebnej do napełniania kolumny. Na 80 części wagowych chromosorbu W nanieść 20 części wagowych apiezonu, rozpuszczonego uprzednio w około 300 cm<sup>3</sup> toluenu. Toluen odparować na łaźni wodnej, ciągle mieszając, a następnie wypełnienie wysuszyć w temperaturze 150°C do całkowitego usunięcia rozpuszczalnika (do zaniku zapachu). Tak przygotowane wypełnienie nasypać do kolumny chromatograficznej i ubić jej zawartość przez ciągle utrząsanie, po czym kolumnę wstawić do termostatu o temperaturze 150°C i wygrzewać przy niewielkim przepływie gazu nośnego w ciągu 16 godz.

5.4.7.5. Przygotowanie próbki do analizy. W kolbie stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 200 cm<sup>3</sup> odważyć około 100 g badanego eteru fenylowego z dokładnością do 0,0002 g, następnie dodać pipetą około 0,02 g alkoholu *n*-oktylowego, zważyć z taką samą dokładnością i dokładnie wymieszać w ciągu 5 min.

5.4.7.6. Wykonanie oznaczania. Chromatograf należy przygotować, a oznaczanie wykonać zgodnie z instrukcją obsługi aparatu z tym, że zaleca się stosować następujące parametry:

- temperatura kolumny 130°C,
- temperatura odparownika 230°C,
- temperatura detektora 230°C,
- szybkość przepływu gazu nośnego 70 cm<sup>3</sup>/min,
- ilość dozowanej próbki około 0,003 cm<sup>3</sup>.

Następną próbkę badanego produktu można wprowadzić do kolumny po 80 min.

5.4.7.7. Obliczanie wyników. Zawartość fenolu ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{F \cdot A \cdot m \cdot 100}{S} \quad (2)$$

w którym:

- F - współczynnik obliczony dla danego chromatografu o ustalonych warunkach analizy, wyrażający stosunek powierzchni piku wzorca wewnętrznego (*n*-oktanolu) do powierzchni piku oznaczonego składnika, gdy udziały wagowe obu składników są równe,
- A - powierzchnia piku fenolu, mm<sup>2</sup>,
- m - ilość wzorca wewnętrznego (*n*-oktanolu), % wag.,
- S - powierzchnia piku *n*-oktanolu, mm<sup>2</sup>.

5.4.8. Oznaczanie rozpuszczalności w 90-procentowym alkoholu etylowym. Do suchej próbki pojemności 25 cm<sup>3</sup> odważyć 1 g eteru fenyloвого odmiany A z dokładnością do 0,01 g i następnie dodać kroplami 5 cm<sup>3</sup> 90-procentowego alkoholu etylowego, wstrząsając zawartością próbki. Oznaczenie należy wykonać w temperaturze 20°C.

5.5. Zasadnicze o jakości. Dla każdej partii produktu uznanej za zgodną z wymaganiami normy, należy wystawić i przesłać odbiorcy świadectwo, w którym między innymi należy podać wyniki z przeprowadzonych badań oraz orzeczenie zgodności z normą.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6026-57

1. Istotne zmiany w stosunku do PN-63/C-88032

- a) wprowadzono dodatkową odmianę A - eter fenylovery zapachowy,
- b) zastrzono wszystkie parametry oprócz zawartości wody,
- c) wprowadzono dodatkowo oznaczenie zawartości fenolu,
- d) skreślono oznaczanie zawartości popiołu,
- e) zaktualizowano sposób pobierania próbek uwzględniając aktualne przepisy,
- f) zaktualizowano metody badań.

Dotychczas obowiązująca PN-63/C-88032 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1973 r.

2. Normy zagraniczne

NRD TGL 8455 (1960) Diphenyläther  
Indeks Givaudana z 1961 r. - dla odmiany A

3. Klasy materiałów. Według Przepisów o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych z czerwca 1962 r. eter fenylovery zalicza się do klasy IIIa, liczba marginesowa 301, pozycja 4.

4. Przepisy dotyczące transportu

- a) Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz.T. i ZK nr 20 poz. 84 z 1968 r.).
- b) Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U.PRL z dnia 17 grudnia 1971 r.).