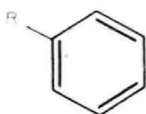


WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-89
	Półprodukty organiczne Alkilobenzen techniczny do produkcji syntetycznych środków powierzchniowo czynnych	6026-83
		Grupa katalogowa 1021

I. WSTĘP

I.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest alkilobenzen techniczny otrzymywany przez alkilowanie benzenu mieszaniną *n*-chloroparafin zawierających głównie od 10 do 13 atomów węgla. Wyżej wymieniona mieszanina związków potocznie nazywana jest alkilobenzenem, dodecylobenzenem lub kerylobenzenem. W niniejszej normie przyjęto nazwę alkilobenzen.

Alkilobenzen ma:
ogólny wzór budowy



w którym R jest łańcuchem alifatycznym o długości łańcucha od C₁₀ do C₁₃.

I.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Alkilobenzen jest stosowany do produkcji alkilobenzenosulfonianu sodowego, podstawowego składnika syntetycznych środków piorących, myjących i czyszczących.

2. OZNACZENIE

ALKILOBENZEN
lub BN-89/6026-83
KERYLOBENZEN

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania		Metody badań wg
a) Wygląd	ciecz opalizująca w świetle przechodzącym bez zanieczyszczeń mechanicznych	wizualnie nie uzbrojonym okiem w cylindrze kolorymetrycznym z bezbarwnego szkła, obserwując próbkę w świetle przechodzącym
b) Barwa w skali Hazena, nie więcej niż	200	wg 5.4.2
c) Gęstość ρ_{20}^0 , g/cm ³	0,860 ÷ 0,869	wg 5.4.3
d) Punkt anilinowy, °C-	9 ÷ 17	wg 5.4.4
e) Liczba bromowa g Br/100 g produktu, nie więcej niż	0,3	wg PN-86/C-04520/04 odważając 1 g produktu
f) Woda, %(m/m), nie więcej niż	0,02	wg 5.4.5
g) Destylacja w temperaturze 285 ÷ 330°C powinno przedestylować co najmniej %(V/V)	95	wg 5.4.6
h) Związków nie ulegających sulfonowaniu %(m/m), nie więcej niż	2,1	wg 5.4.7
i) Skład frakcyjny: parafin %(m/m), nie więcej niż izomerów alkilobenzenu zawierających w łańcuchu alkilowym — poniżej C ₁₀ %(m/m), nie więcej niż — suma C ₁₀ —C ₁₃ %(m/m), nie mniej niż — C ₁₄ %(m/m), nie więcej niż — powyżej C ₁₄ %(m/m), nie więcej niż	3,0 0,8 95 1,5 0,5	wg 5.4.8 lub 5.4.9
j) Średnia masa molowa wyliczona ze składu frakcyjnego, g/mol (bez uwzględniania parafin)	230 ÷ 240	wg 5.4.10

Zgłoszona przez Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 20 lipca 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1989, poz. 23)

3.2. Trwałość. Alkilobenzen, opakowany i przechowywany zgodnie z rozdz. 4, powinien odpowiadać wymaganiom wg 3.1 w ciągu 1 roku od daty produkcji.

4. PAKOWANIE PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Alkilobenzen należy dostarczać w cysternach stalowych lub w bębnach pojemności 200 l z obręczami wytłaczanymi wg BN-87/5046-01 lub z obręczami nasadzonymi wg BN-87/5046-03, z blachy stalowej ocynkowanej z wiekiem stałym, z otworem w poboczniczy zamykanym korkiem. Dopuszcza się stosowanie innych opakowań uzgodnionych z odbiorcą i przewoźnikiem, jeżeli zabezpieczą produkt w takim samym stopniu, jak wyżej wymienione opakowania i wymiarami będą zgodne z zasadami podanymi wg PN-78/O-79021. Opakowania należy napełniać najwyżej do 95% ich pojemności i oznakować zgodnie z PN-85/O-79252.

Na cysternach należy umieścić co najmniej następujące oznakowania:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2.

Na każdym bębnie należy umieścić oznakowania wg a), b) oraz dodatkowo:

- datę produkcji i numer partii,
- masę brutto i netto,
- liczbę warstw ładowania — 1,
- liczbę warstw składowania — 1.

4.2. Przechowywanie. Alkilobenzen należy przechowywać w szczelnie zamkniętych opakowaniach wg 4.1, pod zadaszeniem lub w zbiornikach stalowych. Bębny powinny być ustawione w jednej warstwie zamknięciem bocznym do góry.

4.3. Transport. Alkilobenzen należy przewozić cysternami kolejowymi lub samochodowymi. Alkilobenzen w bębnach można przewozić dowolnymi środkami transportowymi zgodnie z obowiązującymi przepisami dotyczącymi przewozów normalnych w transporcie kolejowym i drogowym¹⁾. Produkt w środku transporto-

wym należy układać ściśle obok siebie w jednej warstwie, zgodnie z obowiązującymi przepisami o ładowaniu wagonów towarowych i samochodowych w komunikacji wewnętrznej¹⁾.

Ładunek powinien tworzyć zwartą całość i powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i uszkodzeniem w czasie transportu.

Alkilobenzen jest materiałem nie stwarzającym zagrożenia w transporcie i nie podlega przepisom RID/ADR.

5. BADANIA

5.1. Program badań — wg tabl. 2.

Badania pełne wykonać co najmniej raz na kwartał.

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi zawartość jednej cysterny lub nie więcej niż 200 bębnów napełnionych z jednego zbiornika magazynowego.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

a) z cystern: próbkę pobierać z każdej cysterny próbnikiem nr 2 wg PN-74/C-60008, z całej wysokości słupa cieczy;

b) z bębnow: przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne ogólne wg PN-67/C-04500; próbki należy pobierać próbnikiem nr 1 wg PN-74/C-60008.

Z partii produktu w bębnach, w zależności od jej liczności, należy wybrać w sposób losowy liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobierania próbek
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
161 ÷ 200	10

Próbki pierwotne należy pobierać tyle razy, aż próbka ogólna będzie wynosić co najmniej 2 l. Próbkę ogólną należy dokładnie wymieszać i podzielić na dwie równe części, z których jedną przeznaczyć do badań, a drugą odpowiednio oznakowaną przechowywać w szczelnie

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 2.

Tablica 2

Lp.	Rodzaje wymagań	Zakres badań		Wymagania wg	Opis badań wg
		pełne	niepełne		
1	2	3	4	5	6
1	Sprawdzenie wyglądu	+	+	3.1a)	wizualnie
2	Oznaczenie barwy	+	+	3.1b)	5.4.2
3	Oznaczenie gęstości	+	+	3.1c)	5.4.3
4	Oznaczenie punktu anilinowego	+	-	3.1d)	5.4.4
5	Oznaczenie liczby bromowej	+	-	3.1e)	PN-86/C-04520/04
6	Oznaczenie wody	+	-	3.1f)	5.4.5
7	Wykonanie destylacji	+	+	3.1g)	5.4.6
8	Oznaczenie związków nie ulegających sulfonowaniu	+	+	3.1h)	5.4.7
9	Oznaczenie składu frakcyjnego	+	-	3.1i)	5.4.8 lub 5.4.9
10	Obliczanie średniej masy molowej	+	-	3.1j)	5.4.10

Znak „+” oznacza badanie, które należy przeprowadzić.
Znak „-” oznacza badanie, którego się nie przeprowadza.

zamkniętej butelce do analizy kontrolnej w ciągu 22 miesięcy od daty wysłania produktu.

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Przy prowadzeniu badań należy przestrzegać wymagań wg PN-81/C-01055.

5.4.2. Oznaczanie barwy wykonać wg PN-81/C-04534/01 metodą spektrofotometryczną, przy długości fali 455 nm, stosując kufkę o długości drogi optycznej 50^{±0,01} mm oraz wodę destylowaną jako ciecz odniesienia.

Dopuszcza się możliwość oznaczania barwy metodą wizualną.

W przypadku analizy rozjemczej należy stosować metodę spektrofotometryczną.

5.4.3. Oznaczanie gęstości wykonać wg PN-81/C-04504 w temperaturze 20°C arcymetrem o zakresie pomiarowym 0,85 ÷ 0,90 i podziałce elementarnej 0,001 g/ml.

5.4.4. Oznaczanie punktu anilinowego wykonać wg PN-82/C-04028 metodą A (p. 2.2 bez *n*-heptanu). Anilinę osuszyć wg p. 2.1.4a) wymienionej normy i przedestylować po dodaniu pyłu cynkowego w ilości 5 g na 100 ml aniliny.

5.4.5. Oznaczanie zawartości wody wykonać wg PN-81/C-04959 p. 2.6.2, stosując 20 ml rozpuszczalnika (wg p. 2.5.7) zawierającego 1 objętość alkoholu metylowego i 3 objętości chloroformu.

5.4.6. Destylację wykonać wg PN-83/C-97054, z następującymi zmianami:

a) alkilobenzen w przypadku widocznych gołym okiem kropelek wody na dnie próbki odwodnić chlorkiem wapnia.

b) stosować kolbę destylacyjną o średnicy 71 ± 1 mm.

c) stosować termometr *T* o działce elementarnej 1,0°C.

d) zamiast chłodnicy wodnej stosować chłodnicę powietrzną o tych samych wymiarach.

Kolbę z alkilobenzenem w czasie destylacji należy ogrzewać płaszczem grzewczym lub płomieniem, utrzymując ją w płomieniu palnika.

W tym celu włożyć między krążek azbestowy i kolbę z dwóch stron kawałki azbestu, tak aby płomień obejmował kolbę.

e) stosować wzór na obliczanie rzeczywistej temperatury wrzenia (*tw*)

$$t_w = t \pm \Delta t + 0,00015 \cdot n(t - t_1) \pm 0,375 (101,325 - B)$$

w którym:

t — temperatura wrzenia odczytana na termometrze, °C.

Δt — poprawka temperatury (dodatnia lub ujemna) wg świadectwa na termometrze, °C.

n — wysokość słupa rtęci termometru *T* wystającego ponad korek w chwili odczytania temperatury *t*, °C.

*t*₁ — temperatura otaczającego powietrza odczytana na termometrze pomocniczym umieszczonym w połowie wysokości wystającego ponad korek słupa rtęci *T*°C, odczytana po przedestylowaniu 50 ml.

0,00015 — współczynnik rozszerzalności pozornej rtęci w szkło.

0,375 — współczynnik do obliczania temperatury wrzenia przy odchyleniu od normalnego ciśnienia atmosferycznego.

101,325 — ciśnienie normalne w kPa.

B — ciśnienie barometryczne w czasie oznaczania zredukowane do temperatury 0°C w kPa (1 mm Hg = 0,1333224 kPa) należy odczytać z tabl. 4.

Tablica 4. Redukcja wskazań barometru z temperatury otoczenia do temperatury 0°C

Temperatura otoczenia, °C	Ciśnienie barometryczne w kPa (w nawiasach ciśnienie w mm Hg)										
	90,66 (680)	91,88 (690)	93,32 (700)	94,66 (710)	95,99 (720)	97,32 (730)	98,66 (740)	99,99 (750)	101,3 (760)	102,6 (770)	104,0 (780)
	Poprawki na ciśnienie w kPa ¹⁾										
10	0,148	0,150	0,152	0,154	0,156	0,158	0,161	0,163	0,165	0,167	0,169
11	0,162	0,165	0,167	0,170	0,172	0,174	0,177	0,179	0,181	0,184	0,186
12	0,177	0,180	0,183	0,185	0,188	0,190	0,193	0,195	0,198	0,200	0,203
13	0,192	0,195	0,198	0,201	0,203	0,206	0,209	0,212	0,214	0,217	0,220
14	0,207	0,210	0,213	0,216	0,219	0,222	0,225	0,228	0,231	0,234	0,237
15	0,222	0,225	0,228	0,232	0,235	0,238	0,241	0,244	0,247	0,250	0,253
16	0,236	0,240	0,243	0,247	0,250	0,254	0,258	0,260	0,264	0,267	0,270
17	0,251	0,255	0,259	0,262	0,266	0,269	0,274	0,277	0,280	0,284	0,287
18	0,266	0,270	0,274	0,278	0,281	0,285	0,290	0,293	0,297	0,301	0,304
19	0,281	0,285	0,289	0,293	0,297	0,301	0,306	0,309	0,314	0,317	0,321
20	0,296	0,300	0,304	0,309	0,313	0,317	0,322	0,326	0,330	0,334	0,338
21	0,310	0,315	0,320	0,324	0,328	0,333	0,338	0,342	0,347	0,351	0,355
22	0,325	0,330	0,335	0,340	0,344	0,349	0,354	0,358	0,363	0,367	0,372
23	0,340	0,345	0,350	0,355	0,360	0,364	0,370	0,374	0,380	0,384	0,389
24	0,355	0,360	0,365	0,370	0,375	0,380	0,387	0,391	0,396	0,401	0,406
25	0,370	0,375	0,380	0,386	0,391	0,396	0,403	0,407	0,413	0,417	0,423
26	0,384	0,390	0,396	0,401	0,407	0,412	0,419	0,423	0,429	0,434	0,440
27	0,399	0,405	0,411	0,417	0,422	0,428	0,435	0,440	0,446	0,451	0,457
28	0,414	0,420	0,426	0,432	0,438	0,444	0,451	0,456	0,462	0,468	0,474

cd. tabl. 4

Temperatura otoczenia, °C	Ciśnienie barometryczne w kPa (w nawiasach ciśnienie w mm Hg)										
	90,66 (680)	91,88 (690)	93,32 (700)	94,66 (710)	95,99 (720)	97,32 (730)	98,66 (740)	99,99 (750)	101,3 (760)	102,6 (770)	104,0 (780)
	Poprawki na ciśnienie w kPa ¹⁾										
29	0,429	0,435	0,441	0,448	0,453	0,460	0,467	0,472	0,479	0,484	0,490
30	0,444	0,450	0,457	0,463	0,469	0,475	0,483	0,488	0,495	0,501	0,507
31	0,458	0,465	0,472	0,479	0,485	0,491	0,500	0,505	0,512	0,518	0,524
32	0,473	0,480	0,487	0,494	0,500	0,507	0,516	0,521	0,528	0,534	0,541
33	0,488	0,495	0,502	0,509	0,516	0,523	0,532	0,537	0,545	0,551	0,558
34	0,503	0,510	0,517	0,525	0,532	0,539	0,548	0,553	0,562	0,568	0,575
35	0,518	0,525	0,533	0,540	0,547	0,555	0,564	0,570	0,578	0,584	0,592

¹⁾ Wartość poprawek podaną w tabelicy należy odjąć od odczytanego wskazania barometru w celu uwzględnienia różnicy rozszerzalności rtęci i skali mosiężnej.

5.4.7. Oznaczanie związków nie ulegających sulfonowaniu

5.4.7.1. Zasada metody. Oznaczanie związków nie ulegających sulfonowaniu polega na zulfonowaniu alkilobenzenu oleum, zobojętnieniu otrzymanych kwasów alkilobenzenosulfonowych i ekstrakcji eterem naftowym z roztworu wodno-alkoholowego substancji nieprzesulfonowanych oraz oznaczaniu ich masy po oddestylowaniu eteru naftowego i wysuszeniu pozostałości do stałej masy.

5.4.7.2. Aparatura

- Cylinder z doszlifowanym korkiem, pojemności 250 ml.
- Kolba do sulfonowania z trzema szyjkami, pojemności 500 ml.
- Kolba z dnem okrągłym, pojemności 250 ml ze szlifem.
- Łaźnia wodna i kuchenka elektryczna kryta z regulacją temperatury.
- Mieszadło śmigłowe długości 25 mm i wysokości 15 mm (pręt mieszadła szklany lub ze stali nierdzewnej o średnicy 6 mm).
- Parownicza kwarcowa lub ze szkła borowo-krzemianowego.
- Nasadka destylacyjna ze szlifem.
- Termometr o zakresie temperatur od 0 do 100°C i działce elementarnej 1°C.
- Rozdzielacze gruszkowe pojemności 100 i 500 ml.

5.4.7.3. Odczynniki

- Alkohol etylowy 95%(V/V) rozcieńczony wodą destylowaną 2 + 3.
- Chlorek sodowy cz., 10%(m/m) roztwór wodny.
- Eter naftowy cz. wg BN-74/6193-60; okresowo kontrolować wymagania dotyczące pozostałości po odparowaniu.
- Oleum cz. — o zawartości wolnego SO₃ — 23 ± 0,5%(m/m). Zawartość SO₃ sprawdzić metodą podaną w BN-87/6191-10.
- Siarczan sodowy bezwodny cz.
- Wodorotlenek sodowy — 40%(m/m) roztwór wodny.

5.4.7.4. Wykonanie oznaczania. Kolbę sulfonacyjną umocować na łaźni wodnej, umieścić w niej termo-

metr, rozdzielacz pojemności 100 ml oraz mieszadło. Do kolby wlać 25 ± 0,1 g badanego alkilobenzenu, włączyć mieszadło na wolne obroty i ochłodzić próbkę do temperatury poniżej 20°C, dodając kawałki lodu do łaźni wodnej. Do rozdzielacza wlać 30 g oleum.

W przypadku gdy oleum zawiera SO₃ mniej niż 23%(m/m), należy proporcjonalnie zwiększyć odważkę oleum. Zwiększyć obroty mieszadła i z rozdzielacza wkraplać oleum z taką szybkością, aby temperatura mieszaniny reakcyjnej w momencie zakończenia sulfonowania (tj. po 4 ÷ 6 min) nie przekroczyła 55 ± 2°C. Temperaturę 55 ± 2°C utrzymywać tak długo, aby łączny czas od rozpoczęcia do zakończenia sulfonowania wynosił 30 min, po czym ochłodzić zawartość kolby do temperatury otoczenia. Następnie z rozdzielacza dodać kroplami 100 ml rozcieńzonego alkoholu etylowego przy stałym mieszanii i chłodzeniu.

Roztwór po sulfonowaniu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 ml. Kolbę, termometr i mieszadło spłukać rozcieńczonym alkoholem i popłuczyną wlać do kolby pomiarowej. Zawartość kolby dopełnić do kreski rozcieńczonym alkoholem etylowym i dobrze wymieszać. Z kolby pobrać pipetą 50 ml otrzymanego roztworu, przenieść do cylindra pomiarowego pojemności 250 ml, dodać 80 ml rozcieńzonego alkoholu etylowego, kilka kropli fenoloftaleiny i ciągle mieszając zobojętnić, dodając kroplami roztwór wodorotlenku sodowego. Następnie dopełnić rozcieńczonym alkoholem etylowym do objętości 150 ml. Roztwór przenieść do rozdzielacza pojemności 500 ml. Do cylindra wlać 50 ml eteru naftowego, popłukać go i przenieść do rozdzielacza z próbką.

Próbkę dobrze wytrząsać przez pół minuty, odstawić do rozwarstwienia się. W przypadku gdy wytrzącał się siarczan sodowy, próbkę należy podgrzać w strumieniu ciepłej wody do temperatury 30 ÷ 40°C. Po rozdzieleniu się warstw przenieść dolną warstwę do drugiego rozdzielacza, po czym ekstrahować jeszcze dwukrotnie, dodając za każdym razem po 50 ml eteru naftowego. Porcje eteru naftowego zbierać do rozdzielacza gruszkowego pojemności 500 ml, zawierającego 30 ml roztworu chlorku sodowego. Zawartość rozdzielacza dobrze wytrząsać i pozostawić do rozdzielenia się

warstw, po czym oddzielić dolną warstwę. Pozostały w rozdzielaczu roztwór eteru naftowego przemyć 50 ml wody destylowanej. Oddzielić warstwę wodną, a roztwór eterowy przesączyć przez bezwodny siarczan sodowy znajdujący się na sączku z twardej bibuły, do kolby z dnem okrągłym pojemności 250 ml. Rozdzielacz i siarczan sodowy przemyć dwukrotnie 10 ml eteru naftowego i dołączyć do próbki. Na kolbę zawierającą warstwę eterową nałożyć nasadkę destylacyjną i oddestylować na łaźni wodnej lub grzejniku elektrycznym z regulacją temperatury około 130 ml eteru naftowego.

Pozostały w kolbie roztwór eterowy przenieść ilościowo do parownicy uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze $80 \pm 2^\circ\text{C}$, ochłodzonej w eksykatorze i zważonej z dokładnością do 0,0002 g. Parownicę z eterem naftowym umieścić na łaźni wodnej i ogrzewać do całkowitego odparowania eteru naftowego, a następnie po wytarciu zewnętrznej strony parownicy suszyć w suszarce w temperaturze $80 \pm 2^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Masę należy uważać za stałą, jeżeli różnica dwóch kolejnych pomiarów masy przed i po suszeniu nie przekracza 0,0005 g. Po ochłodzeniu w eksykatorze zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość związków nie ulegających sulfonowaniu (X) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 10}{m} \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa pozostałości po odparowaniu eteru naftowego, g,

m — masa badanego alkilobenzenu, g.

5.4.7.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,1.

5.4.8. Oznaczanie składu frakcyjnego metodą chromatografii gazowej (kolumna z wypełnieniem)

5.4.8.1. Zasada metody. Metoda polega na chromatograficznym rozdzielaniu mieszaniny i obliczaniu udziału węglowodorów alifatycznych (n -parafin) oraz przybliżonych udziałów poszczególnych frakcji alkilobenzenu, o tej samej masie cząsteczkowej (grup izomerów) metodą normalizacji wewnętrznej.

5.4.8.2. Odczynniki i materiały

a) Gaz nośny — hel sprężony wg BN-80/6017-15, argon sprężony wg BN-69/6017-09 lub azot techniczny sprężony wg PN-71/C-84912.

b) Wodór sprężony wg PN-71/C-84908.

c) Powietrze sprężone wg PN-74/C-84913.

d) Nośnik diatomitowy do chromatografii — Gaz Chrom R (Applied Science) o granulacji $0,177 \div 0,250$ mm lub $0,149 \div 0,177$ mm lub inny nośnik o równoważnych własnościach.

e) Faza nieruchoma — żywica metyloowo-silikonowa OV-101 (Applied Science) lub inna żywica metyloowo-

silikonowa o podobnych własnościach.

f) Chloroform cz.d.a. lub inny odpowiedni rozpuszczalnik.

5.4.8.3. Aparatura i przyrządy

a) Chromatograf gazowy wyposażony w:

— detektor płomieniowo-jonizacyjny o czułości nie mniejszej niż 0,015 C/g w stosunku do węglowodorów,

— liniowy programator temperaturowy,

— termostat kolumn z regulacją temperatury do 300°C ,

— rejestrator o zakresie pomiarowym do 10 mV,

— kolumnę ze stali nierdzewnej lub szklaną o średnicy wewnętrznej około 2 mm i długości około 4 m.

b) Integrator elektroniczny lub planimetr bieżunowy.

c) Mikrostrzykawką pojemności $0,005 \div 0,1$ ml.

5.4.8.4. Wypełnienie kolumny stanowi Gaz Chrom R zawierający 5%(m/m) fazy OV-101 w stosunku do sumy masy nośnika i fazy.

Nośnik, po wyprażeniu w 200°C w ciągu 3 h, wyspać jeszcze w stanie ciepłym, ciągle mieszając, do roztworu fazy nieruchomej w chloroformie. Następnie, nie przerywając mieszania oddestylować rozpuszczalnik na łaźni wodnej pod próżnią do uzyskania sypkiego, suchego wypełnienia.

Czystą, dokładnie wysuszoną kolumnę napęlić wypełnieniem i kondycjonować w temperaturze 200°C w ciągu 24 h, przy stałym przepływie gazu nośnego w ilości około 10 ml/min.

5.4.8.5. Warunki oznaczania. Po uruchomieniu chromatografu zgodnie z instrukcją obsługi ustalić następujące parametry pracy:

— temperatura programowana liniowo w zakresie $170 \div 250^\circ\text{C}$ z szybkością $4^\circ\text{C}/\text{min}$, z izotermą końcową.

Korzystne jest stosowanie kolumny kompensacyjnej z tym samym wypełnieniem,

— temperatura dozownika 250°C ,

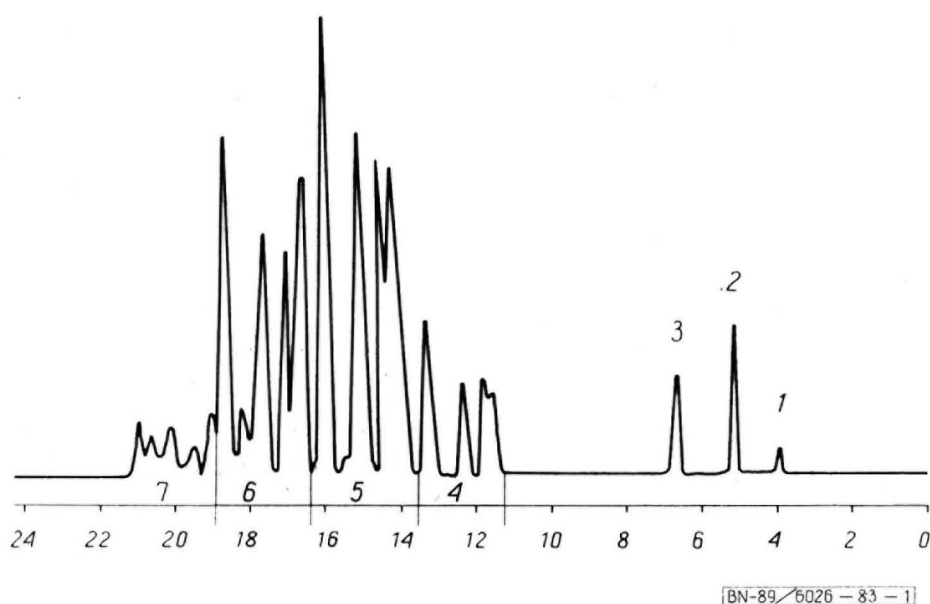
— temperatura detektora 250°C ,

— przepływ gazu nośnego 30 ml/min,

— przepływ wodoru i powietrza zgodnie z instrukcją obsługi aparatu,

— szybkość przesuwu taśmy rejestratora 1 cm/min.

5.4.8.6. Wykonanie oznaczania. Pobrać mikrostrzykawką około 0,0005 ml alkilobenzenu, wprowadzić do dozownika chromatografu i zarejestrować chromatogram w warunkach podanych w 5.4.8.5. Przynależność poszczególnych składników alkilobenzenu do grup izomerów ustalono na podstawie wcześniejszej identyfikacji związków metodą GC-MS. Piki na chromatogramie analizowanej mieszaniny należy pogrupować zgodnie z chromatogramem podanym przykładowo na rys. 1.



Rys. 1. Chromatogram alkilobenzenu (rozdziel z zastosowaniem fazy stacjonarnej OV-1)

1 — *n*-undekan, 2 — *n*-dodekan, 3 — *n*-tridekan, 4 — frakcja alkilobenzenu zawierająca C₁₀ w łańcuchu alkilowym, 5 — frakcja alkilobenzenu zawierająca C₁₁ w łańcuchu alkilowym, 6 — frakcja alkilobenzenu zawierająca C₁₂ w łańcuchu alkilowym, 7 — frakcja alkilobenzenu zawierająca C₁₃ w łańcuchu alkilowym

5.4.8.7. Obliczanie udziału masowego węglowodorów parafinowych i udziału izomerycznych frakcji alkilobenzenu. Obliczyć powierzchnie odpowiadające poszczególnym frakcjom alkilobenzenu. Zawartość frakcji (X_i) w próbce obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_i = \frac{A_i \cdot K_i}{\sum_{i=1}^n A_i \cdot K_i} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

A_i — powierzchnia pików frakcji i , mm²,

K_i — współczynnik korekcyjny dla frakcji $i = 1$,

$\sum_{i=1}^n A_i K_i$ — suma iloczynów powierzchni pików i współczynników korekcyjnych wszystkich frakcji, mm²,

n — liczba frakcji.

5.4.9. Oznaczanie składu izomerycznego metodą kapilarną chromatografii gazowej

5.4.9.1. Zasada metody. Metoda polega na rozdzielaniu mieszaniny w szklanej kolumnie kapilarnej chromatografu gazowego i obliczaniu stężeń poszczególnych izomerów alkilobenzenu metodą normalizacji wewnętrznej.

5.4.9.2. Odczynniki — wg 5.4.8.2 a) ÷ c).

5.4.9.3. Aparatura i przyrządy

a) Chromatograf gazowy wyposażony w:

— detektor płomieniowo-jonizacyjny o czułości nie mniejszej niż 0,015 C/g,

— termostat kolumn z temperaturą regulowaną do 250°C,

— szklaną lub kwarcową kolumnę kapilarną o średnicy wewnętrznej 0,25 mm i długości 50 m z fazą nieruchomą OV-101 (żywica metylo-silikonowa),

— dzielnik strumienia gazu o podziale 1:60 do 1:100.

b) Rejestrator lub integrator elektroniczny.

c) Mikrostrzykawka pojemności 0,005 ml.

5.4.9.4. Warunki oznaczania. Po uruchomieniu chromatografu zgodnie z instrukcją obsługi, ustalić następujące parametry pracy:

— temperatura odparownika 250°C,

— temperatura termostatu kolumn 200°C,

— temperatura dozownika 250°C,

— przepływ gazu nośnego 2 ml/min,

— przepływ wodoru i powietrza zgodnie z instrukcją obsługi aparatu,

— szybkość przesuwu taśmy rejestratora 1 cm/min.

5.4.9.5. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie wykonać wg 5.4.8.6. Piki na chromatogramie analizowanej próbki zidentyfikować zgodnie z chromatogramem wzorcowym podstawionym na rys. 2, uwzględniając wartości względnych czasów retencji podane w tabl. 5.

5.4.9.6. Obliczanie stężeń składników alkilobenzenu. Stężenia składników alkilobenzenu (X_i) w $\%(m/m)$, obliczyć wg wzoru

$$X_i = \frac{A_i \cdot K_i}{\sum_{i=1}^n A_i \cdot K_i} \cdot 100 \quad (3)$$

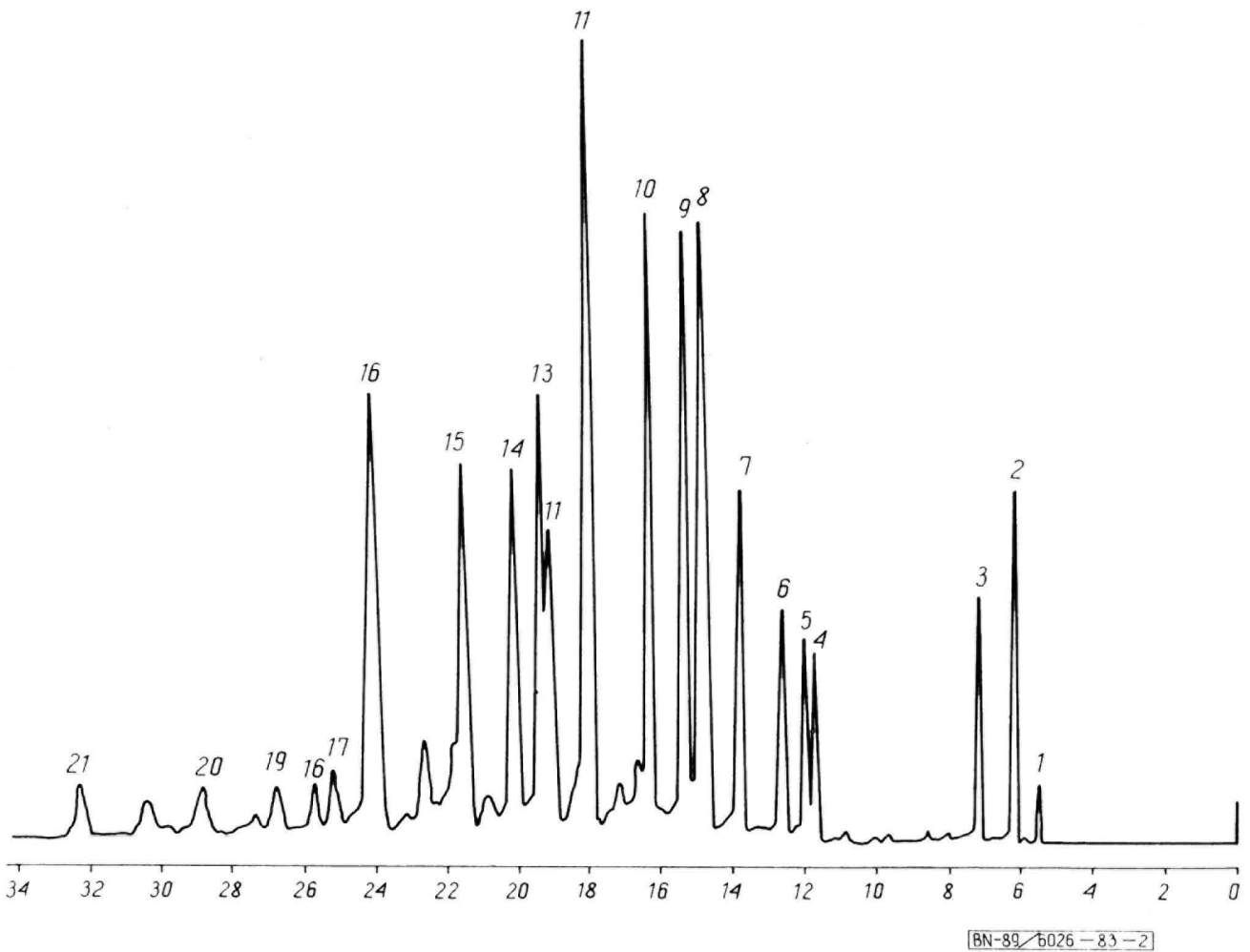
w którym:

A_i — powierzchnia pików składnika i mm²,

K_i — współczynnik korekcyjny dla składnika i , (dla poszczególnych składników przyjęto równy 1),

$\sum_{i=1}^n A_i K_i$ — suma iloczynów powierzchni pików i współczynników korekcyjnych wszystkich składników, mm²,

n — liczba składników.



Rys. 2. Chromatogram alkilobenzenu (rozdziół z zastosowaniem kolumny kapilarnej)

1 — *n*-undekaan, 2 — *n*-dodekan, 3 — *n*-tridekan, 4 — 5-decylobenzen, 5 — 4-decylobenzen, 6 — 3-decylobenzen, 7 — 2-decylobenzen, 8 — 5+6-undecylobenzen, 9 — 4-undecylobenzen, 10 — 3-undecylobenzen, 11 — 2-undecylobenzen, 12 — 6-dodecylobenzen, 13 — 5-dodecylobenzen, 14 — 4-dodecylobenzen, 15 — 3-dodecylobenzen, 16 — 2-dodecylobenzen, 17 — 6+7-tridecylobenzen, 18 — 5-tridecylobenzen, 19 — 4-tridecylobenzen, 20 — 3-tridecylobenzen, 21 — 2-tridecylobenzen

Składnik o jednakowej liczbie węgla w cząsteczce pogrupować i zsumować zawartość poszczególnych frakcji zgodnie z wymaganiami podanymi w tabl. 1.

Tablica 5

Względne czasy retencji <i>n</i> -alkanów i alkilobenzenów rozdzielonych w kolumnie kapilarnej w warunkach wg 5.4.9.4	
1) <i>n</i> -udekan	0,172
2) <i>n</i> -dodekan	0,222
3) <i>n</i> -tridekan	0,284
4) 5-decylobenzen	0,575
5) 4-decylobenzen	0,591
6) 3-decylobenzen	0,637
7) 2-decylobenzen	0,712
8) 5+6-undecylobenzen	0,790
9) 4-undecylobenzen	0,822
10) 3-undecylobenzen	0,886
11) 2-undecylobenzen	1,000
12) 6-dodecylobenzen	1,058
13) 5-dodecylobenzen	1,080
14) 4-dodecylobenzen	1,126
15) 3-dodecylobenzen	1,219
16) 2-dodecylobenzen	1,384
17) 6+7-tridecylobenzen	1,443
18) 5-tridecylobenzen	1,476

cd. tabl. 5

Względne czasy retencji <i>n</i> -alkanów i alkilobenzenów rozdzielonych w kolumnie kapilarnej w warunkach wg 5.4.9.4	
19) 4-tridecylobenzen	1,547
20) 3-tridecylobenzen	1,680
21) 2-tridecylobenzen	1,904

5.4.10. Obliczanie średniej masy molowej alkilobenzenu. Średnią masę molową alkilobenzenu (bez uwzględnienia udziału *n*-parafin) (M_{AB}) obliczyć wg wzoru, g/mol

$$M_{AB} = \sum_{i=1}^n \frac{X_i \cdot M_i}{100} \quad (4)$$

w którym:

X_i — zawartość *i*-tej frakcji w próbce obliczona wg 5.4.8.7 lub 5.4.9.6,

M_i — masa molowa *i*-tej frakcji alkilobenzenu podana w tabl. 6.

Tablica 6

Lp.	Nazwa frakcji	Ilość atomów węgla w łańcuchu alkilowym	Średnia masa molowa frakcji alkilobenzenu g/mol
1	Nonylobenzen	C ₉	204,3
2	Decylobenzen	C ₁₀	218,4
3	Undecylobenzen	C ₁₁	232,4
4	Dodecylobenzen	C ₁₂	246,4
5	Tridecylobenzen	C ₁₃	260,4
6	Tetradecylobenzen	C ₁₄	274,5
7	Pentadecylobenzen	C ₁₅	288,5

5.5. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe wymagań występujące w normie oraz końcowe wyniki badań należy interpretować wg PN-70/N-02120 metoda Z.

5.6. Ocena wyników badań. Partię produktu należy uznać za dobrą, jeżeli wyniki wszystkich badań odpowiadają wymaganiom normy.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii wysłanego produktu wytwórca jest obowiązany przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym między innymi należy podać wyniki przeprowadzonych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA w Kędzierzynie-Koźlu.

2. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań
PN-82/C-04028 Przetwory naftowe. Oznaczanie punktu anilinowego i punktu anilinowego z *n*-heptanem

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-81/C-04504 Oznaczanie gęstości (masy właściwej) produktów chemicznych ciekłych

PN-86/C-04520/04 Produkty chemiczne. Oznaczanie liczby bromowej metodą miareczkowania potencjometrycznego

PN-81/C-04534/01 Analiza chemiczna. Oznaczanie barwy produktów chemicznych za pomocą skali Hazena (skala platynowo-kobaltowa)

PN-81/C-04959 Oznaczanie zawartości wody metodą Karola Fischera w produktach organicznych i nieorganicznych

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-61/C-84908 Wodór techniczny sprężony

PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny

PN-74/C-84913 Powietrze sprężone

PN-83/C-97054 Produkty węglowod. Destylacja normalna metodą Krämera-Spilker

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

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-87/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny z obręczami wytłaczanymi

BN-87/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny z obręczami nasadzonymi

BN-69/6017-09 Gazy szlachetne. Argon spawalniczy sprężony

BN-80/6017-15 Hel gazowy czysty 45

BN-87/6191-10 Odczynniki. Kwas siarkowy dymiący — oleum

BN-74/6193-60 Odczynniki. Eter naftowy

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.)

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. nr 35 poz. 250 z 1968 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TZK nr 15 poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

3. Normy zagraniczne

NRD TGL 38561 Chemische technische Erzeugnisse Alkylbenzen

4. Efektywność biochemicznego utleniania alkilobenzenu (po sulfonacji i neutralizacji w warunkach przemysłowych w Zakładach Chemicznych OŚWIĘCIM) oznaczona metodą osadu czynnego w warunkach kinetycznych wg PN-72/C-04550/09.

Stopień biochemicznego utleniania %(m/m)	Stężenie substancji aktywnej				Średni wynik dla wszystkich stężeń
	5	10	15	20	
	97,0	95,9	96,9	96,1	96,4

5. Symbol wg SWW — 1242-119.

6. Autorzy projektu normy — mgr inż. Mirosława Głońska i doc. dr inż. Jacek Hetper (metody chromatograficzne) — Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA w Kędzierzynie-Koźlu.