

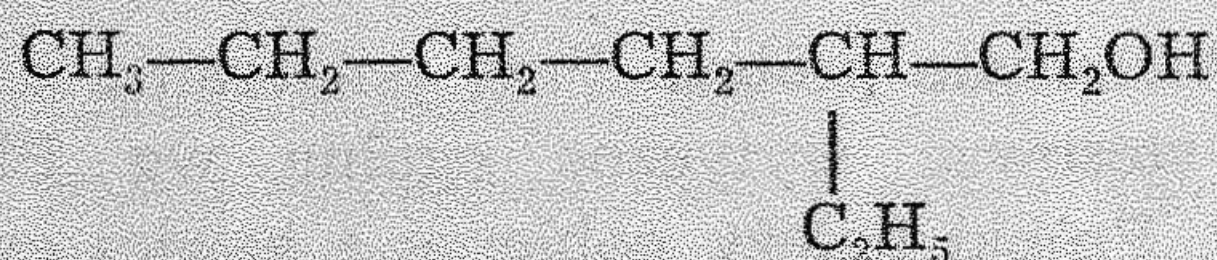
PRODUKTY CHEMICZNE ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	
	2-Etyloheksanol-1 techniczny	
	BN-72 6026-18	
	Zamiast BN-65/6026-18	
Grupa katalogowa X 25 ¹⁾		

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest 2-etyloheksanol-1 techniczny otrzymywany syntetycznie z aldehydu octowego.

2-Etyloheksanol-1 ma:

- wzór sumaryczny $C_8H_{18}O$,
- wzór budowy



- masę cząsteczkową 130,22 (1961 r.),
- inną nazwę — izooktanol.

1.2. Zastosowanie. 2-Etyloheksanol-1 techniczny stosuje się do produkcji plastyfikatorów i dodatków do olejów jako rozpuszczalnik w przemyśle farb i lakierów oraz do wykańczania tkanin w przemyśle włókienniczym.

1.3. Normy związane

- PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczenie gęstości masy właściwej
- PN-65/C-04086 Przetwory naftowe. Oznaczenie zawartości wody metodą Fischera
- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-69/C-04512 Produkty organiczne. Oznaczenie granic temperatur wrzenia
- PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych

¹⁾ Symbol wg SWW: 1241-318.

- PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań
- PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- BN-71/6020-02 Oznaczenie barwy produktów organicznych
- BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi

2. OZNACZENIE

2-ETYLOCHEKSANOL-1 TECHNICZNY BN-72/6026-18

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. 2-Etyloheksanol-1 techniczny powinien być cieczą przezroczystą bez zanieczyszczeń mechanicznych.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne podano w tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	
a) Barwa, stopnie w skali Pt-Co, najwyżej	10
b) Gęstość ρ_4^{20} , g/cm ³	0,832 ± 0,834
c) Destylacja normalna: — w granicach temperatur 182 ± 186°C i ciśnieniu 760 mm Hg powinno przedestylować, % obj., co najmniej	98
d) Aldehydów w przeliczeniu na 2-etyloheksanal [CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH(C ₂ H ₅)CHO], %, najwyżej	0,10
e) Związków nienasyconych w przeliczeniu na 2-etyloheksanal [CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH=C(C ₂ H ₅)CHO], %, najwyżej	0,07
f) Kwasów w przeliczeniu na kwas octowy, %, najwyżej	0,015
g) Wody, %, najwyżej	0,1

Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia”
Ustanowiona przez Dyrektora Naczelnego Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemii” dnia 20 października 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1973 r. (Dz. Norm. i Miar nr 1/1973 poz. 2)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. 2-Etyloheksanol-1 należy dostarczać w cysternach stalowych lub bębnach wg BN-69/5046-03 typ 1, podtyp 1, rodzaj 1, odmiana 5, pojemności 200 dm³.

Można stosować też inne opakowania, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą, o ile zabezpieczają one produkt w takim samym stopniu jak wymienione i mają wymiary zgodne z zasadami wg PN-64/O-79021.

Znakowanie produktu przeznaczonego na eksport należy uzgodnić z eksporterem.

Opakowanie należy napełniać maksymalnie do 93% objętości.

Na każdym bębnie z 2-etyloheksanolem-1 należy umieścić napis wykonany wg PN-67/C-79252 i zawierający co najmniej:

- nazwę zakładu produkującego,
- oznaczenie wg 2,
- numer partii i kolejny numer opakowania w partii,
- masę brutto i netto,
- znak niebezpieczeństwa substancji łatwopalnych wg PN-67/O-79252 p. 2.3.3.

Na cysternie należy umieścić oznakowanie co najmniej wg a), b) i e).

4.2. Przechowywanie. 2-etyloheksanol-1 należy przechowywać w stalowych zbiornikach lub bębnach wymienionych w 4.1. Bębny należy przechowywać pod zadaszeniem lub w wentylowanych pomieszczeniach, ustawiając je zakrętkami do góry.

4.3. Transport. 2-etyloheksanol-1 należy przewozić w cysternach lub dowolnymi środkami transportowymi zgodnie z obowiązującymi przepisami o przewozie kolejną i na drogach publicznych materiałów niebezpiecznych (klasa III a)¹⁾.

W przypadku bębnow należy ustawiać je w środku transportowym ściśle obok siebie i zabezpieczyć klinami drewnianymi przed przesuwaniem się. Dopuszcza się ustawianie opakowań w dwóch warstwach.

5. BADANIA

5.1. Program badań podano w tabl. 2.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Tablica 2

Wymagania	Badania	
	pełne	niepełne
a) Oznaczenie barwy	+	+
b) Oznaczenie gęstości	+	+
c) Wykonanie destylacji	+	+
d) Oznaczenie zawartości aldehydów w przeliczeniu na 2-etyloheksanal	+	+
e) Oznaczenie zawartości związków nienasyconych w przeliczeniu na 2-etyloheksanal	+	+
f) Oznaczenie zawartości kwasów w przeliczeniu na kwas octowy	+	
g) Oznaczenie zawartości wody	+	

Znak + oznacza obowiązek przeprowadzania badań.
Badania pełne wykonuje się na żądanie odbiorcy zgłoszone przy zamówieniu.
Badania niepełne wykonuje się dla każdej partii produktu.

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne ogólne wg PN-67/C-04500. Próbkę należy pobierać z każdej cysterny. W przypadku partii produktu w bębnach, w zależności od jej liczebności, należy pobrać do pobierania próbek w sposób losowy następującą liczbę opakowań podaną w tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań jednostkowych w partii, sztuk	Liczba wybranych opakowań do pobierania próbek, sztuk
do 3	wszystkie
4 ÷ 5	3
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9

Próbki pierwotne z cystern i beczek należy pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60008 z całej wysokości słupa cieczy. Próbkę ogólną powinna być nie mniejsza niż 2000 cm³. Jeżeli łączna objętość próbek jednostkowych jest mniejsza niż 2000 cm³, to należy odpowiednio zwiększyć ilość próbek pierwotnych. Próbkę ogólną należy wymieszać a następnie pobrać z niej średnią próbkę laboratoryjną w ilości 1000 cm³. Średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie części, z których jedną przeznaczyć do badań, a drugą należy przechowywać do analizy rozjemczej w ciągu 6 tygodni. W przypadku produktu przeznaczonego na eksport, czas przechowywania próbki należy uzgodnić z eksporterem.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczenie barwy należy wykonać wg BN-71/6020-02, pobierając 100 cm³ próbki produktu.

5.3.2. Oznaczenie gęstości. Oznaczenie wykonać wg PN-66/C-04004 za pomocą areometru lub termoareometru w temperaturze 20°C.

5.3.3. Destylacja. Oznaczenie należy wykonać wg PN-69/C-04512. Stosować termometr z działką elementarną co 0,1°C. Zanotować objętość produktu destylacji w granicach 182÷186°C przy ciśnieniu 760 mm słupa Hg. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników z dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,4°C.

5.3.4. Oznaczenie zawartości aldehydów w przeliczeniu na 2-etyloheksanal-1.

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy cz.d.a.
- 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.
- Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a., roztwór alkoholowy: 4 g chlorowodoru hydroksyloaminy 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 wskaźnika i tyle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego aż otrzyma się zielone zabarwienie cieczy.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej ze szlifem pojemności 200 cm³ 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-etyloheksanal-1 (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

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

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 — gęstość 2-etyloheksanolu w temperaturze 20°C, oznaczona wg 5.3.2.

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

5.3.5. Oznaczenie zawartości związków nienasyconych w przeliczeniu na 2-etyloheksanal-1

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- Czterochlorek węgla, cz.
- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 15-procentowy.
- Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- Kwas solny cz.d.a. (1,18).
- Roztwór bromkowo-bromianowy cz.d.a. roztwór 0,1n : 10,2 g bromku potasowego i 2,8 g bromianu potasowego rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć wodą do 1000 cm³. Miano roztworu ustalić przez zmiareczkowanie roztworem tiosiarczanu sodowego.
- Skrobia cz.d.a., świeżo sporządzony roztwór 0,5n.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ z doszlifowanym korkiem, odmierzyć 5 cm³ badanego 2-etyloheksanolu-1, dodać 10 cm³ czterochloru węgla i 50 cm³ kwasu octowego. Kolbę wraz z zawartością usunąć z bezpośredniego działania światła słonecznego i przetrzymać w temperaturze $20 \pm 5^\circ\text{C}$ w ciągu 10 min. Następnie zawartość kolby przy równoczesnym stałym mieszaniu miareczkować roztworem bromkowo-bromianowym (V) z szybkością 1÷2 kropli na sekundę aż zawartość kolby zabarwi się na żółto i utrzymać to zabarwienie co najmniej w ciągu 5 s. Żółte zabarwienie powinno być takie samo jak zabarwienie roztworu porównawczego otrzymanego przez zmieszanie w takiej samej kolbie 2,5 cm³ roztworu bromkowo-bromianowego, 50 cm³ kwasu octowego i 10 cm³ czterochloru węgla.

Następnie do kolby z badaną próbką dodać 5 cm³ roztworu bromkowo-bromianowego, 10 cm³ kwasu solnego, zamknąć kolbę i wstrząsać w ciągu 40÷45 s. Następnie lekko uchylając korek dodać 5 cm³ roztworu jodku potasowego, zamknąć kolbę i wytrząsnąć energicznie, dodać 100 cm³ wody destylowanej i ponownie wytrząsnąć w ciągu 1 min. Następnie miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego (V_2) w obecności 1 cm³ roztworu skrobi, który dodaje się pod koniec miareczkowania. Do

miareczkowania powinno się zużyć 5÷10 cm³ roztworu tiosiarczanu sodowego. Jeżeli ilość zużytego roztworu tiosiarczanu sodowego różni się od podanej wartości, należy oznaczenie powtórzyć dobierając odpowiednią wielkość badanej próbki.

Równocześnie należy wykonać ślepią próbę, używając czterochlorku węgla zamiast badanej próbki 2-etyloheksanolu-1 (uzyskuje się wartości V_1 i V_3).

Zawartość związków nienasyconych w przeliczeniu na 2-etyloheksanal-1 (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V - V_1) - (V_2 - V_3) \cdot 0,00631 \cdot 100}{5 \cdot \rho} \quad (2)$$

w którym:

V — ilość ściśle 0,1n roztworu bromkwo-bromianowego zużyta do zmiareczkowania badanej próbki, cm³,

V_1 — ilość ściśle 0,1n roztworu bromkwo-bromianowego zużyta do zmiareczkowania ślepej próby, cm³,

V_2 — ilość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do zmiareczkowania badanej próbki, cm³,

V_3 — ilość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do zmiareczkowania ślepej próby, cm³,

0,00631 — ilość 2-etyloheksanolu-1 odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu bromkwo-bromianowego, g,

ρ — gęstość 2-etyloheksanolu oznaczona wg 5.3.2.

5.3.5.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną z wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,01 wartości bezwzględnej.

5.3.6. Oznaczanie zawartości kwasów w przeliczeniu na kwas octowy

5.3.6.1. 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.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ odmierzyć 100 cm³ badanego 2-etyloheksanolu-1, dodać 50 cm³ alkoholu etylowego uprzednio zobojętnionego wobec fenoloftaleiny. Następnie dodać 3÷5 kropel fenoloftaleiny i miareczkować z mikrobiurety roztworem wodorotlenku sodowego.

Zawartość kwasów w przeliczeniu na kwas octowy (X_3) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,006 \cdot 100}{100 \cdot \rho} \quad (3)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do zmiareczkowania próbki, cm³,

0,006 — ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 cm³ 0,1n wodorotlenku sodowego, g,

ρ — gęstość 2-etyloheksanolu oznaczona wg 5.3.2.

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

5.3.7. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać wg PN-65/C-04086 p. 2.6.2.

5.3. Zaświadczenie jakości. Dla każdej partii produktu odpowiadającej wymaganiom niniejszej normy należy wystawić i przesłać odbiorcy świadectwo, w którym między innymi podać wyniki z wykonanych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6026-1

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6026-18

a) znacznie zaostrożono następujące parametry jakościowe: barwę, zawartości aldehydów, związków nienasyconych, kwasów i wody,

b) zaktualizowano normy związane zwłaszcza w zakresie metod badań,

c) uściślono postanowienia w zakresie pakowania, przechowywania i transportu.

2. Zmiany w stosunku do projektu zalecenia RWPG

a) ujęto jeden gatunek o zaostrożonych wymaganiach dotyczących dopuszczalnych zanieczyszczeń w stosunku do gatunku I,

b) wprowadzono destylację i oznaczanie gęstości zamiast oznaczania procentowej zawartości głównego składnika metodą chromatograficzną.

3. Przepisy dotyczące transportu

a) Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych PMN z dnia 15 IX 1968 (Dz. T. i ZK nr 20, poz. 84 z 1968),

b) Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 XI 1971 w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. z dnia 17 XII 71).